



Étude comparative expérimentale des opérations d'atomisation et d'autovaporisation : application à la gomme arabique et au soja

Duc Quang Nguyen

► To cite this version:

Duc Quang Nguyen. Étude comparative expérimentale des opérations d'atomisation et d'autovaporisation : application à la gomme arabique et au soja. Génie des procédés. Université de La Rochelle, 2014. Français. NNT : 2014LAROS010 . tel-01174999

HAL Id: tel-01174999

<https://theses.hal.science/tel-01174999>

Submitted on 10 Jul 2015

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Année : 2014

Université de La Rochelle
UFR Pôle Science et Technologie

Numéro attribué par la bibliothèque :

--	--	--	--	--	--	--	--

THÈSE
Pour obtenir le grade de
DOCTEUR
de
L'UNIVERSITÉ DE LA ROCHELLE

Discipline: Génie des Procédés Industriels

Soutenue par

Duc Quang NGUYEN

Le 26 juin 2014 à La Rochelle

TITRE :

Étude comparative expérimentale des opérations d'atomisation et d'autovaporisation: application à la Gomme Arabique et au Soja

Directeurs de thèse : Professeur Karim ALLAF et Docteur Sabah MOUNIR

JURY:

Karim ALLAF,	Professeur, Génie des Procédés	Université de La Rochelle	Directeur
Jean-Louis LANOISELLÉ,	Professeur, Génie des Procédés	Université de Bretagne-Sud	Rapporteur
Abdellah ARHALIASS,	Professeur, Génie des Procédés,	Université de Nantes	Rapporteur
Dr. Sabah MOUNIR,	MCF, Génie des Procédés Alimentaires,	Zagazig University,	Co-directrice
Vaclav SOBOLIK,	Professeur, Génie des Procédés	Université de La Rochelle	Examineur

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire des Sciences de l'Ingénieur pour l'Environnement de l'Université de La Rochelle (LaSIE - UMR-CNRS 7356), sous la direction du Professeur Karim ALLAF et la codirection de Madame Sabah MOUNIR, Maître de Conférences. Il a été financé par le gouvernement du Vietnam.

Je remercie très chaleureusement Professeur Karim ALLAF pour sa disponibilité, son encadrement efficace, sa compréhension, sa grande gentillesse et surtout pour la grande confiance qu'il m'a témoigné tout au long de cette étude.

Je tiens à remercier Madame Sabah MOUNIR pour son encadrement, sa disponibilité, sa sympathie et son aide précieuse.

Je tiens à exprimer ma reconnaissance envers Monsieur Jean-Louis LANOISELLE, Professeur à l'Université de Bretagne – Sud, et Monsieur Abdellah ARHALIASS, Professeur à l'Université de Nantes qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté d'être les rapporteurs de mon mémoire de thèse. Je tiens également à remercier Monsieur Vaclav SOBOLIK, Professeur de génie des procédés à l'Université de La Rochelle pour avoir accepté de faire partie du jury de ma thèse.

J'adresse également mes sincères remerciements à la société ABCAR-DIC Process, spécialement à Mme Vicenta BLASCO-Allaf et docteur Tamara Allaf pour leur soutien, leur gentillesse, pour m'avoir fourni les produits de ce travail, et pour les bons moments passés.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude au gouvernement du Vietnam, au Département du Développement International de l'Education – Ministère de l'Education et de la Formation du Vietnam (VIED) pour avoir financé ce travail.

Par ailleurs, je tiens également à adresser mes remerciements à tous mes amis et collègues du laboratoire dont Ibtissam, Colette, Magdalena, Harun, Ismail, Alioune, Alice, Amir, David, Maritza, Carmen, Lukas, Cuong pour leur soutien mutuel, leurs encouragements, et leurs échanges amicaux pendant ces années. Je remercie les techniciens et les assistants ingénieurs du laboratoire et du département, tout particulièrement Antony et Armelle, ainsi que le personnel administratif et les secrétaires du laboratoire du LaSIE et de l'école doctorale de l'Université de La Rochelle : Sandrine, Martine et Jennifer.

Enfin, avec mes profonds sentiments de reconnaissance, je voudrais remercier ma chère épouse Thu Ha, mes enfants Ha Anh et Ba Nam, toujours très enthousiaste pour m'encourager, m'aider à surmonter des difficultés et à réaliser mon rêve. Je pense tout particulièrement à mes parents qui voulaient tant me voir réussir. Je pense également à mes frères, mes sœurs qui me soutiennent depuis toujours. Je suis très fier de les avoir toujours eu à mes côtés.

INTRODUCTION

De nos jours, la nécessité d'atteindre la stabilité à long terme et la facilité d'utilisation, en plus d'une plus grande fonctionnalité, implique que de nombreux produits alimentaires et ingrédients liquides ou solides sont déshydratés ou transformés mécaniquement en poudre. Les procédés de fabrication des poudres alimentaires exigent toujours la satisfaction d'une série de critères tels que la performance du procédé (efficacité énergétique, coût de production, sécurité du travail et pollution de l'environnement) et la qualité du produit (composition, préservation, sécurité alimentaire, fonctionnalité, etc.).

La technologie d'atomisation est apparue à la fin du dix-neuvième siècle et elle est toujours considérée comme la principale technologie de production des poudres dans plusieurs domaines variés tels que l'industrie chimique, agro-alimentaire, pharmaceutique, micro-organismes... L'atomisation a comme principaux avantages prépondérants la possibilité de transformer directement les matières premières liquides en poudre sèche. La possibilité de l'appliquer dans le cas des matières thermosensibles, thermorésistantes, des produits inflammables et explosibles, nocifs... peut souvent être réalisée sans nécessairement impliquer une contamination de l'environnement. Néanmoins dans quelques cas, l'atomisation se montre moins efficace car les frais d'investissement initiaux et de production sont trop élevés ; cela entraîne l'augmentation du prix du produit le rendant ainsi moins compétitif sur le marché. En plus, le besoin d'aboutir à une grande surface spécifique indispensable pour aboutir à une grande activité de surface, implique la nécessité de fabriquer des particules très fines. Le collage des produits sur les parois de la chambre de séchage pendant le séchage par atomisation est aussi un grave problème. Tout cela entraîne beaucoup de problèmes complexes concernant le transport, le nettoyage, la récupération du produit, les risques d'explosion et la dégradation thermique du produit.

L'atomisation est aussi une des techniques les plus répandues pour réaliser l'encapsulation des ingrédients alimentaires, des huiles essentielles et des arômes. Dans ce domaine, le matériau de paroi joue un rôle très important et décisif pour l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules. Toutefois, les études de la production des matériaux d'encapsulation appropriés à chaque produit donné sont encore très restreintes.

La technologie de Détente Instantanée Contrôlée (DIC) consiste en un traitement de type haute température courte durée, suivi d'une détente instantanée vers le vide. Issu des études théoriques du Professeur ALLAF concernant l'expansion lors de l'extrusion, cette technologie a été fondée en 1988 sur la thermodynamique de l'instantanéité et des processus d'autovaporisation couplés à l'évolution hydro-thermomécanique de nombreux polymères à usage alimentaires, cosmétiques, pharmaceutique, etc. De nombreux travaux de recherche sur le phénomène d'autovaporisation par DIC ont été réalisés lors de la manipulation des différents produits agroalimentaires. Les résultats ont montré que la technologie DIC est capable de résoudre de nombreuses problématiques industrielles, menant par la suite, à l'obtention de produits finis de très hautes qualités et à la réduction de la consommation d'énergie. Cependant, les applications de la technologie DIC dans la fabrication des poudres alimentaires restent encore restreintes, et la comparaison des propriétés de la poudre obtenue grâce à la DIC avec les autres méthodes de production n'est pas encore effectuée systématiquement.

Dans un tel contexte, ce travail de thèse est réalisé en vue de contribuer à résoudre quelques problèmes concernant le contrôle et l'amélioration de la qualité de poudre alimentaire ainsi que l'efficacité du transfert de chaleur dans les opérations d'atomisation et d'autovaporisation (le traitement DIC). La gomme arabique et le soja sont les deux matières premières principales examinées pour obtenir ces objectifs.

Le mémoire est ici présenté en quatre parties principales :

1. La première partie est consacrée à la synthèse bibliographique. Le chapitre I-1 présente une vue

d'ensemble sur le système du séchage par atomisation. Le chapitre I-2 présente les autres méthodes classiques de fabrication des poudres alimentaires, les problématiques du procédé de fabrication et de la qualité de la poudre alimentaire, les opportunités de recherche et les recherches proposées dans ce travail.

2. La deuxième partie est consacrée aux matériels et méthodes. Les matières premières principales (la gomme arabique et le soja) sont présentées dans le chapitre II-1. Les protocoles de traitement sont présentés dans le chapitre II-2. Le chapitre II-3 consiste en caractérisation pluridimensionnelle des poudres et calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans l'atomiseur. Et dans le chapitre II-4, on présente les méthodes des plans d'expériences utilisées dans cette étude.
3. La troisième partie est consacrée aux résultats et discussions. Le chapitre III-1 présente l'étude comparative des procédés de production de la poudre de gomme arabique et les impacts du traitement DIC sur les propriétés du produit fini. Dans le chapitre III-2, on présente l'optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur dans la fabrication du mélange de poudres de gomme arabique et maltodextrine en tant qu'un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation. Le chapitre III-3 décrit l'étude comparative des procédés de production de la poudre de soja et les impacts du traitement DIC sur les propriétés de la poudre de soja. Le chapitre III-4 analyse l'optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur dans la fabrication de la poudre de soja. Et les impacts du taux MD/GA dans la fabrication de la poudre de soja par atomisation sont présentés dans le chapitre III-5.
4. La quatrième partie concerne les conclusions de cette étude et les perspectives ainsi ouvertes.

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMENTS	2
INTRODUCTION	3
TABLE DES MATIERES	5
LISTE DES TABLEAUX	9
LISTE DES FIGURES	10
PARTIE I. SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	13
CHAPITRE I-1. SECHAGE PAR ATOMISATION	14
I-1.1. INTRODUCTION	14
I-1.2. AVANTAGES ET INCONVENIENTS	14
I-1.2.A. <i>Les avantages de la technologie du séchage par pulvérisation:</i>	14
I-1.2.B. <i>Les inconvénients de la technologie de séchage par pulvérisation:</i>	15
I-1.3. SYSTEMES DE SECHAGE PAR ATOMISATION	15
I-1.4. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU SYSTEME DE SECHAGE PAR ATOMISATION	17
I-1.4.A. <i>Sécheur vertical à pulvérisation (Cyclone)</i>	17
I-1.4.B. <i>Sécheur horizontal à pulvérisation (Rogers)</i>	17
I-1.5. PRINCIPE DE STRUCTURE DU SYSTEME DE SECHAGE PAR ATOMISATION	18
I-1.5.A. <i>Système de fourniture de matière première</i>	18
I-1.5.B. <i>Classification d'atomiseurs</i>	19
I-1.5.C. <i>Système de fourniture d'air de séchage</i>	27
I-1.5.D. <i>Chambre de séchage</i>	27
I-1.5.E. <i>Système de séparation et de récupération de la poudre</i>	29
I-1.6. LES ELEMENTS D'INFLUENCE DANS L'OPERATION DE SECHAGE PAR ATOMISATION	30
I-1.6.A. <i>L'influence de la viscosité</i>	30
I-1.6.B. <i>L'influence de la taille de l'orifice de l'atomiseur</i>	30
I-1.6.C. <i>L'influence de la pression de l'atomiseur</i>	30
I-1.6.D. <i>L'influence du débit d'alimentation</i>	30
I-1.6.E. <i>L'influence de la teneur en matière solide du liquide</i>	30
I-1.6.F. <i>L'influence de la température de matière première</i>	30
I-1.6.G. <i>L'influence de la tension superficielle</i>	30
I-1.6.H. <i>L'influence de la température d'entrée de l'air</i>	31
I-1.6.I. <i>L'influence de la température de sortie de l'air</i>	31
I-1.6.J. <i>L'influence de la vitesse relative entre l'air et le spray</i>	31
I-1.6.K. <i>L'influence de l'humidité ambiante</i>	31
I-1.7. TRANSFERT DE CHALEUR ET DE MASSE DANS L'OPERATION DE SECHAGE PAR ATOMISATION.....	32
I-1.7.A. <i>Contact entre les gouttelettes et l'air chaud</i>	32
I-1.7.B. <i>Périodes du séchage des gouttelettes</i>	34
I-1.7.C. <i>Évaporation des gouttelettes</i>	36
I-1.7.D. <i>Bilans de chaleur et de masse, efficacité thermique</i>	43
I-1.8. ENCAPSULATION PAR ATOMISATION.....	45
I-1.8.A. <i>Définition et classification de l'encapsulation</i>	45
I-1.8.B. <i>Applications</i>	46
I-1.8.C. <i>Technique d'encapsulation par atomisation</i>	46
CHAPITRE I-2. FABRICATION ET QUALITE DE LA POUDRE ALIMENTAIRE: PROBLÉMATIQUES ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE	50
I-2.1. INTRODUCTION	50
I-2.2. AUTRES PROCEDES CLASSIQUES DE FABRICATION DES POUDRES ALIMENTAIRES	50

I-2.2.A. Séchage par lyophilisation (freeze drying)	51
I-2.2.B. Séchage sur cylindres.....	53
I-2.2.C. Processus de broyage (processus de réduction de taille).....	55
I-2.3. PROBLEMATIQUES DU PROCEDE DE FABRICATION ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE	55
I-2.3.A. Problématiques du procédé de fabrication	55
I-2.3.B. Opportunités de recherche.....	56
I-2.4. PROBLEMATIQUES DE QUALITE ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE	57
I-2.4.A. Problématiques de qualité de la poudre alimentaire.....	57
I-2.4.B. Opportunités de recherche.....	58
I-2.5. RECHERCHES PROPOSEES DANS LE CADRE DU PRESENT PROJET	60
I-2.5.A. Objectifs de la thèse	60
I-2.5.B. Atout : Autovaporisation et alvéolation instantanées	60
I-2.5.C. Principales étapes de la réalisation des objectifs.....	61
PARTIE II. MATERIELS ET METHODES	63
CHAPITRE II-1. MATIERES PREMIERES	64
II-1.1. MATERIAUX ETUDIES.....	64
II-1.2. GOMME ARABIQUE	64
II-1.2.A. Source de la gomme arabique.....	64
II-1.2.B. Propriétés	65
II-1.2.C. Utilisation de la gomme arabique.....	66
II-1.2.D. Production et commercialisation de la gomme arabique.....	67
II-1.3. SOJA	69
II-1.3.A. Histoire du soja	69
II-1.3.B. Production et utilisation du soja	69
II-1.3.C. Composition nutritionnelle du soja	72
CHAPITRE II-2. PROTOCOLES DE TRAITEMENT	73
II-2.1. PROTOCOLES DE TRAITEMENT DE LA GOMME ARABIQUE	73
II-2.1.A. Protocole de traitement de la gomme arabique brute	73
II-2.1.B. Protocole de traitement de la gomme arabique atomisée.....	73
II-2.1.C. Protocole de fabrication du mélange de la gomme arabique (GA) et la maltodextrine (MD) par atomisation.....	74
II-2.2. PROTOCOLES DE TRAITEMENT DU SOJA	74
II-2.2.A. Protocole de fabrication de la poudre de soja par le broyage.....	74
II-2.2.B. Protocole de fabrication de la poudre de soja par atomisation	75
II-2.3. TRAITEMENT PAR DIC.....	77
II-2.3.A. Description de l'équipement DIC	77
II-2.3.B. Principe de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC)	78
II-2.3.C. Protocole de traitement DIC.....	79
II-2.4. OPERATION DE SECHAGE	79
II-2.4.A. Description du sécheur par atomisation APV-PSD 52	80
II-2.4.B. Principe de fonctionnement du sécheur APV-PSD 52	81
II-2.5. OPERATION DE BROYAGE	81
CHAPITRE II-3. CARACTÉRISATION PLURIDIMENSIONNELLE DES POUDRES ET COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR VOLUMETRIQUE DANS L'ATOMISEUR.....	82
II-3.1. CARACTÉRISATION PLURIDIMENSIONNELLE DES POUDRES.....	82
II-3.1.A. Mesure de la masse volumique apparente simple.....	82
II-3.1.B. Mesure de la masse volumique apparente tassée.....	83
II-3.1.C. Mesure de la masse volumique intrinsèque.....	83
II-3.1.D. Détermination du taux de remplissage.....	83
II-3.1.E. Détermination de la compressibilité	83

II-3.1.F. Détermination de la cohésivité "indice de Hausner"	84
II-3.1.G. Détermination de la porosité.....	84
II-3.1.H. Détermination du volume de l'air interstitiel	84
II-3.1.I. Analyse de la granulométrie.....	85
II-3.1.J. Mesure de la teneur en eau	85
II-3.1.K. Mesure de l'indice de mouillabilité	85
II-3.1.L. Mesure de la capacité de rétention d'eau.....	86
II-3.1.M. Mesure de la capacité de rétention d'huile	86
II-3.1.N. Analyse de la sédimentation	87
II-3.1.O. Analyse de la cinétique de séchage	87
II-3.2. COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR VOLUMÉTRIQUE DANS L'ATOMISEUR	87
CHAPITRE II-4. METHODE DES PLANS D'EXPERIENCES	89
II-4.1. PLANS D'EXPERIENCES CENTRAUX COMPOSITES.....	89
II-4.2. ANALYSES STATISTIQUES	90
II-4.3. PLAN D'EXPERIENCES DANS LE TRAITEMENT DIC	91
II-4.3.A. Gomme arabique brute en morceaux	92
II-4.3.B. Gomme arabique atomisée	92
II-4.3.C. Soja décortiqué.....	92
II-4.4. PLAN D'EXPERIENCES DANS L'OPERATION D'ATOMISATION	92
II-4.4.A. Mélange de poudre atomisée de la GA et la MD	93
II-4.4.B. Poudre atomisée du soja seul	94
II-4.4.C. Poudre atomisée du soja avec la GA et la MD	94

PARTIE III. RESULTATS ET DISCUSSION 95

CHAPITRE III-1. COMPARATIVE STUDY OF METHODS FOR PRODUCING GUM ARABIC POWDER AND THE IMPACT OF DIC TREATMENT ON THE PROPERTIES OF THE PRODUCT	96
III-1.1. ABSTRACT	96
III-1.2. RESULTS AND DISCUSSION	96
III-1.2.A. Aerated bulk density (ρ_a).....	96
III-1.2.B. Packed bulk density (ρ_p).....	98
III-1.2.C. Intrinsic density (ρ_{int})	101
III-1.2.D. Filling rate.....	103
III-1.2.E. Compressibility	105
III-1.2.F. Hausner ratio.....	107
III-1.2.G. Porosity	109
III-1.2.H. Interstitial air volume.....	111
III-1.2.I. Particle size distribution and surface-volume mean diameter.....	113
III-1.2.J. Drying kinetics.....	116
III-1.3. CONCLUSION	116
CHAPITRE III-2. OPTIMISATION DES CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ATOMISEUR DANS LA FABRICATION DU MELANGE DE POUDRES DE GOMME ARABIQUE ET MALTODEXTRINE	118
III-2.1. RESUME	118
III-2.2. RESULTATS ET DISCUSSION	118
III-2.2.A. Impacts du taux MD/GA et de la température de l'air entrant.....	118
III-2.2.B. Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur.....	125
III-2.3. CONCLUSION	126
CHAPITRE III-3. COMPARATIVE STUDY OF METHODS FOR PRODUCING SOYBEAN POWDER AND THE IMPACT OF DIC TREATMENT ON THE PROPERTIES OF THE PRODUCT	127
III-3.1. ABSTRACT	127
III-3.2. RESULTS AND DISCUSSION	127
III-3.2.A. Aerated bulk density (ρ_a).....	127
III-3.2.B. Packed bulk density (ρ_p).....	129
III-3.2.C. Intrinsic density (ρ_{int})	131
III-3.2.D. Filling rate.....	132

III-3.2.E. Compressibility	134
III-3.2.F. Hausner ratio.....	135
III-3.2.G. Porosity	137
III-3.2.H. Interstitial air volume.....	138
III-3.2.I. Wettability index (IM)	140
III-3.2.J. Water holding capacity (WHC)	142
III-3.2.K. Oil holding capacity (OHC).....	144
III-3.2.L. Particle size distribution and surface-volume mean diameter	146
III-3.2.M. Drying kinetics	147
III-3.3. CONCLUSION	148
CHAPITRE III-4. OPTIMISATION DES CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ATOMISEUR DANS LA FABRICATION DE LA POUDRE DE SOJA	150
III-4.1. RESUME	150
III-4.2. RESULTATS ET DISCUSSION	150
III-4.2.A. Calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique	150
III-4.2.B. Impact de la concentration et de la température de l'air entrant	152
III-4.2.C. Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur	168
III-4.3. CONCLUSION	169
CHAPITRE III-5. IMPACTS DU TAUX (MD/GA) DANS LA FABRICATION DE LA POUDRE DE SOJA PAR ATOMISATION	171
III-5.1. RESUME	171
III-5.2. RESULTATS ET DISCUSSION	171
III-5.2.A. Débit d'alimentation	171
III-5.2.B. Température de l'air sortant	172
III-5.2.C. Coefficient de transfert de chaleur volumétrique	173
III-5.2.D. Teneur en eau de la poudre.....	173
III-5.2.E. Masse volumique apparente simple	174
III-5.2.F. Masse volumique tassée	174
III-5.2.G. Masse volumique intrinsèque	175
III-5.2.H. Taux de remplissage.....	175
III-5.2.I. Compressibilité.....	176
III-5.2.J. Indice de hausner.....	177
III-5.2.K. Porosité	177
III-5.2.L. Volume de l'air interstitiel	178
III-5.2.M. Indice de mouillabilité.....	178
III-5.2.N. Capacité de rétention d'eau	179
III-5.2.O. Capacité de rétention d'huile.....	180
III-5.2.P. Diamètre moyen surface-volume de la poudre.....	181
III-5.2.Q. Analyse de la sédimentation	181
III-5.3. CONCLUSION	183
PARTIE IV. CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....	184
CHAPITRE IV-1. CONCLUSION	185
CHAPITRE IV-2. PERSPECTIVES.....	187
PARTIE V. NOMENCLATURE	188
PARTIE VI. RÉFÉRENCES	190
PARTIE VII. ANNEXES.....	198

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II-1: Caractéristiques de gomme arabique originaire de Acacia seyal et Acacia Sénégal (Phillips and Williams, 2000)	65
Tableau II-2: Spécifications internationales de qualité de la gomme arabique (FAO, 1990)	66
Tableau II-3: Production mondiale du soja 2012/13	69
Tableau II-4: Exportation du soja 2012/13	70
Tableau II-5: Importation du soja 2012/13	70
Tableau II-6: Valeurs nutritionnelle du soja (par 100g).....	72
Tableau II-7: La masse d'échantillon, la pression et le temps de traitement DIC.....	79
Tableau II-8: Différentes caractérisations des poudres.....	82
Tableau II-9: Classification des poudres en fonction de l'indice de Hausner (selon Hayes,1987).....	84
Tableau II-10: Domaine de variation des paramètres opératoires dans le traitement DIC.....	91
Tableau II-11: Paramètres de réponse dans le traitement DIC.....	91
Tableau II-12: Plan d'expériences de traitement DIC de la gomme arabique brute en morceau	92
Tableau II-13: Plan d'expériences de traitement DIC des poudres de gomme arabique atomisées	92
Tableau II-14: Plan d'expériences de traitement DIC du Soja décortiqué.....	92
Tableau II-15: Paramètres de réponse dans l'opération d'atomisation	93
Tableau II-16: Plan d'expériences dans l'atomisation du mélange de la GA et la MD	93
Tableau II-17: Plan d'expériences dans l'atomisation de la poudre du soja seul.....	94
Tableau II-18: Plan d'expériences dans l'atomisation de la poudre du soja avec la GA et la MD	94
Table III-1: Aerated bulk density of gum arabic powders	96
Table III-2: Packed bulk density of the gum arabic powder	99
Table III-3: Intrinsic density of the gum arabic powders	101
Table III-4 : Aerated bulk density of soybean powders	127
Table III-5 : Packed bulk density of soybean powder.....	129
Table III-6: Intrinsic density of soybean powder	131
Table III-7: Filling rate of soybean powder.....	132
Table III-8: Compressibility of soybean powder	134
Table III-9: Hausner ratio of soybean powder	135
Table III-10: Porosity of soybean powder	137
Table III-11: Interstitial air volume of soybean powder	139
Table III-12: Wettability index of soybean powder.....	141
Table III-13: Water holding capacity of soybean powder	142
Table III-14: Oil holding capacity of soybean powder	144
Table III-15: Surface-volume mean diameter of soybean powder.....	146
Tableau III-16: Résultats d'optimisation pour chaque réponse individuelle	169
Tableau III-17 : Volume de sédimentation de la poudre de soja (ml).....	182
Tableau VII-1: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 mm	198
Tableau VII-2: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 – 1,7 mm	198
Tableau VII-3: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,7 - 2 mm	199
Tableau VII-4: Résultats de calcul pour la poudre atomisée de la gomme arabique	200
Tableau VII-5: Cinétique de séchage à 50°C pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 mm	201
Tableau VII-6: Résultats de calcul pour le mélange de poudre atomisée de la GA et la MD	202
Tableau VII-7 : Résultats de calcul pour le soja décortiqué après le traitement DIC	202
Tableau VII-8 : Résultats de calcul pour la poudre atomisée du soja seul.....	203
Tableau VII-9 : Résultats de calcul pour la poudre atomisée du soja avec la GA et la MD	205
Tableau VII-10: Cinétique de séchage à 40°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC	205
Tableau VII-11 : Cinétique de séchage à 50°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC	206
Tableau VII-12 : Cinétique de séchage à 60°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC	208
Tableau VII-13 : Données expérimentales pour l'atomisation du soja seul.....	209
Tableau VII-14 : Résumé des résultats de calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans le cas de l'atomisation du soja seul.....	210
Tableau VII-15 : Données expérimentales pour l'atomisation du soja avec MD/GA	210
Tableau VII-16: Résumé des résultats de calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans le cas de l'atomisation du soja avec MD/GA.....	210

LISTE DES FIGURES

Figure I.1. Le système de séchage ouvert	15
Figure I.2. Le cycle de séchage clos et demi-clos.....	16
Figure I.3. Le cycle de séchage aseptique.....	16
Figure I.4. Le sécheur vertical à pulvérisation (Cyclone).....	17
Figure I.5. Le sécheur horizontal à pulvérisation (Rogers).....	18
Figure I.6. Schéma de la structure du système de séchage par pulvérisation.....	18
Figure I.7. La classification d'atomiseurs.....	19
Figure I.8. La constitution de l'atomiseur rotatif.....	19
Figure I.9. Quelques exemples de buses pneumatiques.....	22
Figure I.10. Structure de la buse ultrasonique SONO-TEK.....	24
Figure I.11. La chambre de séchage à co-courant.....	28
Figure I.12. La chambre de séchage à contre-courant	28
Figure I.13. La chambre de séchage à flux mixte	29
Figure I.14. Classification des équipements de séparation et de récupération du produit	29
Figure I.15. Transfert de chaleur et de masse entre la gouttelette et l'air de séchage	34
Figure I.16. Courbe de vitesse de séchage.....	35
Figure I.17. Quelques différentes morphologies des particules sèches qui peuvent se produire lors du séchage des gouttelettes contenant des solides dissous.....	41
Figure I.18. Données pour les bilans de chaleur et de masse.....	43
Figure I.19. Diverses formes de capsules (Gibbs et al., 1999).....	45
Figure I.20. Protocole de l'encapsulation par atomisation.....	46
Figure I.21. Un système typique de la lyophilisation.....	51
Figure I.22. Séchoir à double cylindre (Bylund, 2003).....	53
Figure II.1: Gomme Arabique	64
Figure II.2 : Exportation de Gomme Arabique brute d'Afrique (Muller and Okoro, 2004)	68
Figure II.3 : Importation de gomme arabique par pays (Muller and Okoro, 2004)	68
Figure II.4: Soja.....	69
Figure II.5: Quelques produits de soja.....	71
Figure II.6: Protocole de traitement de la gomme arabique brute.....	73
Figure II.7: Protocole de traitement de la gomme arabique atomisée.....	73
Figure II.8: Protocole de fabrication du mélange de GA et MD.....	74
Figure II.9: Protocole de fabrication de la poudre de soja par le broyage	75
Figure II.10: Protocole de préparation de la solution de soja	75
Figure II.11: Protocole de fabrication de la poudre de soja seul.....	76
Figure II.12: Protocole de fabrication de la poudre de soja avec la GA et la MD	77
Figure II.13: Présentation schématique du réacteur DIC utilisé: (1) Chambre de traitement; (2) valve de détente abrupte; (3) Réservoir à vide; (4) Pompe à vide; (5) Chaudière.....	77
Figure II.14: Evolution de la température et de la pression lors d'un traitement DIC:	78
Figure II.15: Sécheur par atomisation APV-PSD 52 dans notre laboratoire.....	80
Figure II.16: Schéma du dispositif expérimental du sécheur APV-PSD 52	80
Figure II.17: Diagramme schématique du pycnomètre à hélium.	83
Figure II.18: Détermination de la température humide par le diagramme (H, x)	88
Figure II.19: Emplacement des points expérimentaux pour un plan central composite à 2 facteurs	89
Figure III.1: Comparison of the aerated bulk densities of gum arabic powder	97
Figure III.2: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m^{-3}) of the spray dried powder (ρ_a untreated = 415.6 kg.m^{-3})	97
Figure III.3: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m^{-3}) of the ground powder (ρ_a untreated = 715.6 kg.m^{-3})	98
Figure III.4: Comparison of the packed bulk densities of gum arabic powder	99
Figure III.5: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m^{-3}) of the spray-dried powder (ρ_p untreated = 564.67 kg.m^{-3}).....	100
Figure III.6: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m^{-3}) of the ground powder (ρ_p untreated = 915.09 kg.m^{-3}).....	100
Figure III.7: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m^{-3}) of the spray-dried powder (ρ_{int} untreated = 1211.9 kg.m^{-3})	102
Figure III.8: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m^{-3}) of the ground powder (ρ_{int} untreated = 1504.5 kg.m^{-3})	102
Figure III.9: Comparison of the filling rates of gum arabic powder	103
Figure III.10: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the spray-dried powder (untreated powder = 0.466)	104

Figure III.11: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the ground powder (untreated powder = 0.608)	104
Figure III.12: Comparison of the compressibilities of gum arabic powder	105
Figure III.13: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the spray-dried powder (untreated powder = 26.4%)	106
Figure III.14: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the ground powder (untreated powder = 21.8%)	106
Figure III.15: Comparison of the Hausner ratios of gum arabic powder	107
Figure III.16: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the spray-dried powder (untreated powder = 1.359)	108
Figure III.17: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the ground powder (untreated powder = 1.279)	109
Figure III.18: Comparison of the porosity of gum arabic powder	109
Figure III.19: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the porosity of spray-dried powder (untreated powder = 0.657)	110
Figure III.20: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the porosity of the ground powder (untreated powder = 0.524)	111
Figure III.21: Comparison of the interstitial air volume of gum arabic powder	111
Figure III.22: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm ³) of spray-dried powder (untreated powder = 94.58 cm ³)	112
Figure III.23: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm ³) of the ground powder (untreated powder = 42.81 cm ³)	113
Figure III.24: Impact of DIC treatment on the particle size distribution for gum arabic powder	114
Figure III.25: Comparison of the surface-volume mean diameter of gum arabic powder	114
Figure III.26: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of spray-dried powder (untreated powder = 120.3 μm)	115
Figure III.27: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of the ground powder (untreated powder = 136.26 μm)	116
Figure III.28: Drying kinetics for the ground gum arabic powder (at 50°C)	116
Figure III.29: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur le débit d'alimentation (ml/s) ...	119
Figure III.30: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la température de l'air sortant (°C)	120
Figure III.31: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la teneur en eau de la poudre (%)	121
Figure III.32: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique apparente simple (kg.m ⁻³)	122
Figure III.33: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique tassée (kg.m ⁻³)	123
Figure III.34: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique intrinsèque (kg.m ⁻³)	124
Figure III.35: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur le volume de l'air interstitiel (cm ³)	125
Figure III.36 : Comparison of the aerated bulk density of soybean powders	128
Figure III.37 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m ⁻³) of the soybean powder (ρ _a untreated = 490.3 kg.m ⁻³)	129
Figure III.38 : Comparison of the packed bulk density of soybean powders.....	129
Figure III.39 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m ⁻³) of the soybean powder (ρ _p untreated = 684.78 kg.m ⁻³)	130
Figure III.40 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m ⁻³) of the soybean powder (ρ _{int} untreated = 1267.1 kg.m ⁻³)	132
Figure III.41 : Comparison of the filling rate of soybean powders	133
Figure III.42 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the soybean powder (untreated powder = 0.54)	133
Figure III.43 : Comparison of the compressibility of soybean powders	134
Figure III.44 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the soybean powder (untreated powder = 28.4 %)	135
Figure III.45 : Comparison of the Hausner ratio of soybean powders	136
Figure III.46 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the soybean powder (untreated powder = 1.397)	137
Figure III.47 : Comparison of the porosity of soybean powders	137
Figure III.48 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the porosity of the soybean powder (untreated powder = 0.613)	138
Figure III.49 : Comparison of the interstitial air volume of soybean powders	139
Figure III.50 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm ³) of the soybean	

powder (untreated powder = 67.11 cm ³)	140
Figure III.51 : Comparison of the wettability index of soybean powders.....	140
Figure III.52 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the wettability index (s) of the soybean powder (untreated powder = 602 s).....	142
Figure III.53 : Comparison of the water holding capacity of soybean powders	142
Figure III.54 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the WHC (g water/ g powder) of the soybean powder (untreated powder = 1.429 g/g)	143
Figure III.55 : Comparison of the oil holding capacity of soybean powders.....	144
Figure III.56 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the OHC (g oil/ g powder) of the soybean powder (untreated powder = 0.698 g/g)	145
Figure III.57 : Particle size distribution of soybean powder	146
Figure III.58 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of the soybean powder (untreated powder = 213.4 μm)	147
Figure III.59 : Drying kinetics of soybean before and after the DIC (at 60 °C)	148
Figure III.60 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le débit d'alimentation (mL/s).....	152
Figure III.61 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la température de l'air sortant (°C).....	153
Figure III.62 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la teneur en eau de la poudre (%).....	154
Figure III.63 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique (kJ/m ³ hK)	155
Figure III.64 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique apparente simple (kg.m ⁻³).....	156
Figure III.65 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique tassée (kg.m ⁻³).....	157
Figure III.66 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique intrinsèque (kg.m ⁻³)	158
Figure III.67 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le taux de remplissage ..	159
Figure III.68 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la compressibilité (%) ..	160
Figure III.69 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur l'indice de Hausner	161
Figure III.70 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la porosité	162
Figure III.71 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le volume de l'air interstitiel (cm ³).....	163
Figure III.72 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur l'indice de mouillabilité (s)	164
Figure III.73 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la capacité de rétention d'eau (g eau/ g poudre)	165
Figure III.74 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la capacité de rétention d'huile (g huile/ g poudre).....	166
Figure III.75 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le diamètre moyen surface-volume de la poudre (μm)	168
Figure III.76 : Impact du taux MD/GA sur le débit d'alimentation (mL/s)	172
Figure III.77: Impact du taux MD/GA sur la température de l'air sortant (°C)	172
Figure III.78: Impact du taux MD/GA sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique (kJ/m ³ hK)	173
Figure III.79: Impact du taux MD/GA sur la teneur en eau de la poudre (%)	173
Figure III.80: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique apparente simple (kg/m ³)	174
Figure III.81: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique tassée (kg/m ³).....	175
Figure III.82: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique intrinsèque (kg/m ³).....	175
Figure III.83: Impact du taux MD/GA sur le taux de remplissage	176
Figure III.84: Impact du taux MD/GA sur la compressibilité (%).....	176
Figure III.85: Impact du taux MD/GA sur l'indice de hausner.....	177
Figure III.86: Impact du taux MD/GA sur la porosité	177
Figure III.87: Impact du taux MD/GA sur le volume de l'air interstitiel (cm ³).....	178
Figure III.88: Impact du taux MD/GA sur l'indice de mouillabilité (s)	179
Figure III.89: Impact du taux MD/GA sur la capacité de rétention d'eau (g eaux/ g poudre)	179
Figure III.90: Impact du taux MD/GA sur la capacité de rétention d'huile (g huile/ g poudre)	180
Figure III.91: Impact du taux MD/GA sur le diamètre moyen surface-volume (μm).....	181
Figure III.92 : Impact du taux MD/GA sur le volume de sédimentation (ml)	182

PARTIE I.
SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I-1.

SECHAGE PAR ATOMISATION

I-1.1. INTRODUCTION

La technologie et l'équipement de séchage par atomisation sont apparus à la fin du dix-neuvième siècle. Le premier appareil reconnu était le sécheur à pulvérisation qui utilisait une buse à pression. La buse centrifuge a été inventée dans les années suivantes. Les premières conceptions étaient encore très simples et il était difficile de les fonctionner, c'est pourquoi le séchage par pulvérisation n'était guère utilisé pendant cette période.

A l'entrée du vingtième siècle avec le développement des sciences technologiques, la technologie du séchage par pulvérisation a été améliorée et est devenue de plus en plus commercialisée. Le séchage du lait a été la première application de la technologie du séchage par pulvérisation. Pendant les années suivantes du vingtième siècle, la technologie du séchage par pulvérisation a été perfectionnée continuellement pour s'adapter davantage aux produits thermosensibles. La technologie du séchage par pulvérisation s'est développée pendant la deuxième guerre mondiale en raison de l'exigence urgente. Il s'agit de devoir diminuer la masse des aliments et des autres produits pour les transporter.

Aujourd'hui, la technologie du séchage par pulvérisation est assez parfaite. Elle est appliquée largement dans plusieurs domaines variés tels que l'industrie de produits chimiques, l'agro-alimentaire, l'exploitation et le traitement des produits minéraux, les pharmacies, le micro-organisme...

Le séchage par pulvérisation est la technologie unique de séchage qui est susceptible de transformer directement des matières premières liquides en produits sous forme de poudre sèche en atomisant des liquides dans le milieu d'air de séchage chaud. Les matières premières peuvent être sous forme de solution, suspension, émulsion ou pâte. Les produits secs peuvent être sous forme de poudre fine, granules ou agrégation en fonction de la propriété physico-chimique des matières premières et de la condition de fonctionnement du système de séchage. Le séchage par pulvérisation est de plus en plus recherché et appliqué largement dans plusieurs domaines variés grâce à la diversité des produits secs. Chaque sécheur est conçu et utilisé d'une façon séparée pour satisfaire les caractéristiques du produit sec. C'est pourquoi, il faut considérer les demandes du produit ainsi que les avantages et les inconvénients de cette technologie.

I-1.2. AVANTAGES ET INCONVENIENTS

Comparé aux autres techniques de séchage des poudres (sur rouleaux ou cylindres, en tambour ou en mélangeur), le séchage par pulvérisation présente des avantages et des inconvénients suivants (Masters, 1991 ; Gomez and Saleh, 2012) :

I-1.2.A. Les avantages de la technologie du séchage par pulvérisation:

- Transformer directement les matières premières liquides en poudre sèche avec une très basse humidité.
- La forme des particules est très souvent régulière et sphérique et leur granulométrie resserrée.
- Fonctionner continuellement et la capacité d'automatisation est haute.
- Pouvoir l'appliquer vis à vis des matières thermosensibles ainsi que des matières thermorésistantes.
- C'est très flexible dans la conception et le fonctionnement en fonction de caractéristiques du produit sec par exemple: la forme du produit (poudre fine, granules ou agrégation...), la propriété du produit (dissolubilité, poussière ou non-poussière...)

- La durée de séchage est courte.
- Pouvoir fabriquer des sècheurs selon toutes les puissances exigées
- Pouvoir sécher des produits inflammables et explosibles, nocifs...sans contaminer l'environnement.
- Les matières premières de séchage sont variées: la solution, l'émulsion ou la pâte...

I-1.2.B. Les inconvénients de la technologie de séchage par pulvérisation:

- Les frais d'investissement initiaux sont assez élevés.
- Nécessiter l'évaporation de grandes quantités de solvants. L'opération est donc énergivore, ce qui constitue un frein à son développement pour les produits de faible valeur ajoutée.
- Le produit est facilement dégradé (la perte d'arôme et de couleur) si le fonctionnement est incorrect. C'est pourquoi, il faut des opérateurs hautement qualifiés.
- Il est difficile de récupérer 100% du produit sec.
- Problèmes de poussières et les risques d'explosion à cause des particules fines.
- Exiger régulièrement l'hygiène et l'entretien des machines.

I-1.3. SYSTEMES DE SECHAGE PAR ATOMISATION

Les éléments indispensables du système de séchage par pulvérisation comme: l'atomiseur, le disperseur d'air de séchage, la chambre de séchage, la partie de sortie de l'air d'échappement et d'entrée de l'air sont combinés en un système complet. Tous ces systèmes répondent aux règles de sécurité, à la protection d'environnement et satisfont aux demandes du produit sec. Selon la fonction, les systèmes de séchage par pulvérisation obéissent aux cycles suivants (GEA Niro A/S, 2000) :

Le système ouvert:

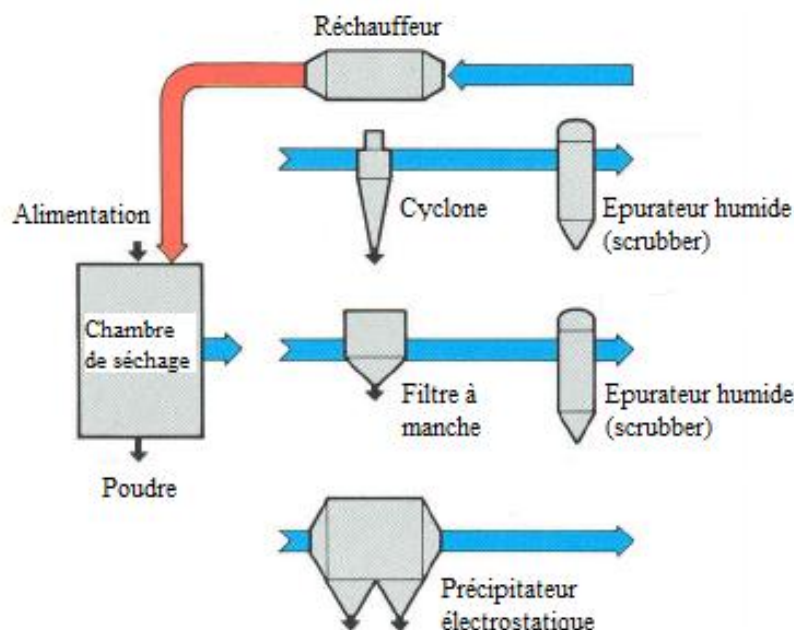
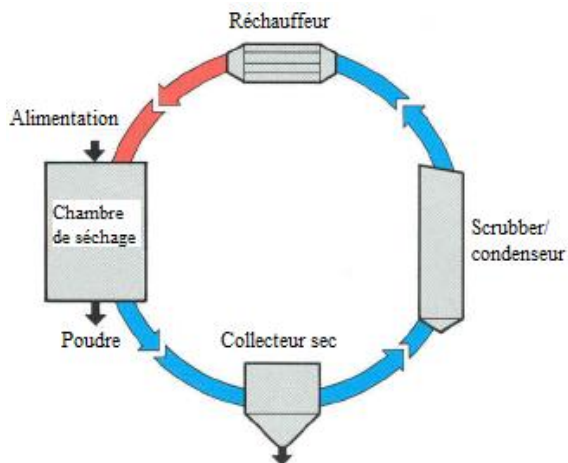


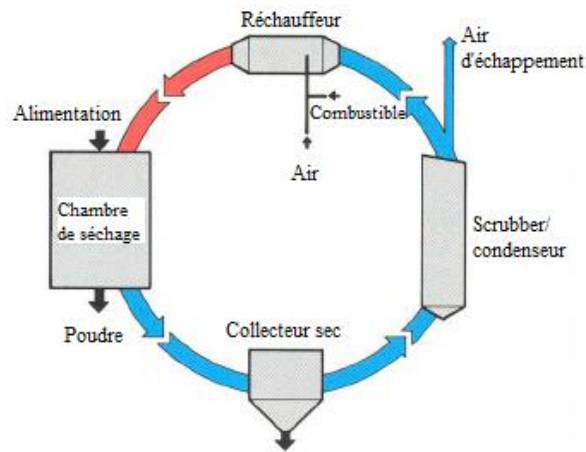
Figure I.1. Le système de séchage ouvert

Dans le système ouvert (figure I.1): l'air est introduit de l'environnement. Après d'être passé dans le réchauffeur, il entre dans la chambre de séchage et effectue le transfert thermique une seule fois avec la matière première humide, ensuite il est échappé à l'extérieur. La plupart des sècheurs industriels appliquent ce système pour sécher des matières premières qui comportent du solvant aqueux. L'air d'échappement est nettoyé par le cyclone, les filtres à manches (bag filter), le précipitateur électrostatique ou l'épurateur humide (wet scrubber) avant de s'échapper à l'extérieur.

Le cycle clos:



a. (Le cycle clos)



b. (Le cycle demi-clos)

Figure I.2. Le cycle de séchage clos et demi-clos

La particularité du cycle clos (figure I.2a) est: le processus de séchage se passe dans le milieu de gaz inerte, par exemple le gaz N_2 . Le gaz inerte circule hermétiquement dans le système de séchage. Ce système est appliqué pour sécher des matières qui comportent le solvant organique ou quand le produit ne doit pas entrer en contact impérativement avec l'oxygène pendant le processus de séchage (par exemple, sécher ABS et PVAc par pulvérisation dans l'industrie polymère). Les appareils dans le cycle clos sont absolument hermétiques vis à vis des gaz et de la poudre. Ils sont fabriqués sur les standards de sécurité stricts. La vapeur du solvant inflammable - explosible est absorbée par l'intermédiaire de séchage et récupérée entièrement en état liquide par le scrubber-condenseur.

Le cycle demi-clos:

On utilise le cycle demi-clos (figure I.2b) quand le processus de séchage est susceptible de créer un mélange de poudre - gaz inflammable - explosible, ou l'air d'échappement comporte des matières susceptibles de polluer l'environnement. Les risques inflammables explosifs sont prévenus en ajustant un flux d'air qui entre directement dans le réchauffeur et le flux d'air d'échappement pour diminuer la teneur en oxygène dans la chambre de séchage. Les matières nocives qui naissent au cours du processus de séchage sont réduites avant d'être rejetées dans l'environnement.

Le cycle aseptique:

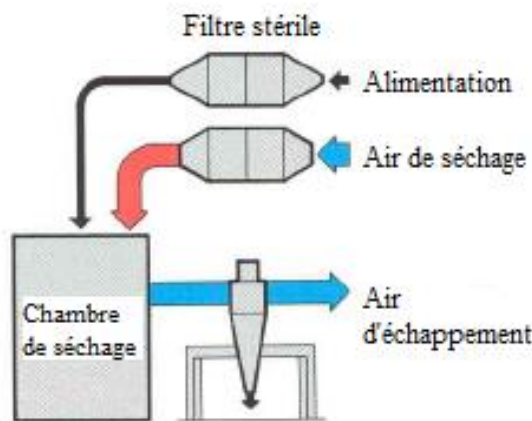


Figure I.3. Le cycle de séchage aseptique

La particularité du cycle aseptique est: les systèmes de filtre d'air et de l'atomisation de matières premières sont absolument aseptiques. Il est interdit d'utiliser ces types de sécheur dans les endroits susceptibles de contaminer les produits. C'est pourquoi, on doit les placer de compagnie avec une chambre d'emballage. Les appareils dans ce système sont fabriqués sur les standards spéciaux et fonctionnent sous pression faible. Le système de stérilisation et de nettoyage sont entièrement automatiques.

I-1.4. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU SYSTEME DE SECHAGE PAR ATOMISATION

Il y a deux types de sécheur typique à pulvérisation, ce sont le sécheur vertical à pulvérisation (ou le type de Cyclone) et le sécheur horizontal (ou le type de Rogers). Le principe de fonctionnement des deux sécheurs typiques est le suivant.

I-1.4.A. Sécheur vertical à pulvérisation (Cyclone)

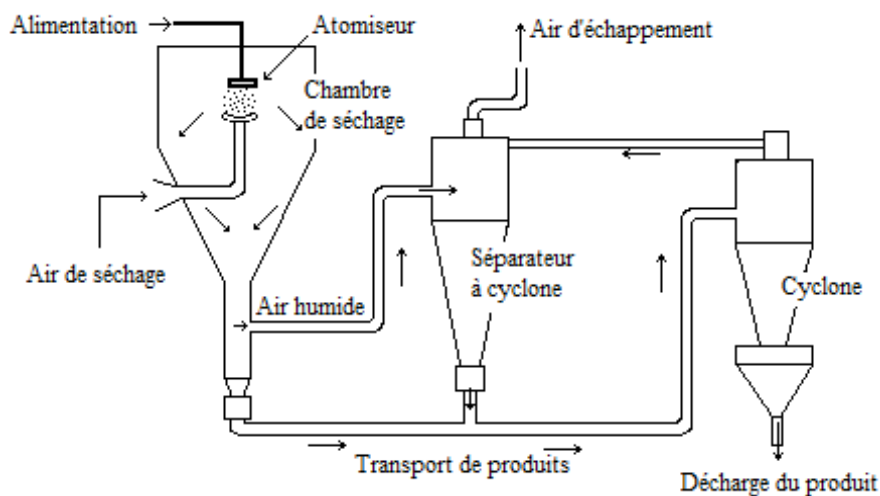


Figure I.4. Le sécheur vertical à pulvérisation (Cyclone)

Le schéma de principe est représenté dans la figure I.4. C'est le type de sécheur qui est très largement utilisé. D'abord, la matière première liquide est pompée à l'atomiseur et pulvérisée en gouttelettes très fines, ces gouttelettes contactent le flux d'air chaud qui est soufflé à co-courant ou contre-courant et elles perdent rapidement leur humidité alors qu'elles sont encore en suspension dans l'air de séchage. La poudre sèche est séparée de l'air humide par la force centrifuge dans le cyclone. Les particules de poudre sont forcées à diriger vers le mur du cyclone, se déposent au fond du cyclone où elles sont transportées à la sortie, alors que l'air humide plus léger se dirige vers le tuyau d'évacuation.

I-1.4.B. Sécheur horizontal à pulvérisation (Rogers)

Le schéma de principe est représenté par la figure I.5. Ce schéma est moins répandu, on l'utilise seulement vis à vis des poudres sensibles qui ne sont pas susceptibles de résister à la friction engendrée par l'activité du cyclone. Selon ce schéma, après avoir été filtré, l'air est réchauffé par la vapeur ou le gaz chaud et soufflé dans le tuyau (A), ensuite il est introduit dans le disperseur d'air (B) et entre dans la chambre de séchage (C). L'air chaud absorbe l'humidité qui s'échappe des gouttelettes et passe le déflecteur d'air (D) pour entrer dans le filtre à manches (E) où 100% des poudres qui restent sont séparées de l'air d'échappement. Les sacs de filtre sont par intermittence secoués par le dispositif mécanique pour libérer des poudres adhérentes qui tomberont ensuite sur le plancher. L'air humide est rejeté dans l'environnement par le ventilateur (F). Le liquide de séchage est préchauffé dans le réchauffeur (G), passe par une pompe à haute pression (H) et le tuyau (I) pour venir à l'atomiseur qui se trouve à l'entrée de l'air chaud (C). Les gouttelettes sont séchées dès qu'elles sont encore en suspension dans la chambre de séchage, la poudre qui se dépose sur le

plancher est transportée au convoyeur à vis (K) par un racloir réciproque. La poudre est transférée à la sortie de la chambre de séchage (L) et ensuite elle est transportée manuellement ou par le système pneumatique au cyclone (M) où la poudre est refroidie par l'air frais.

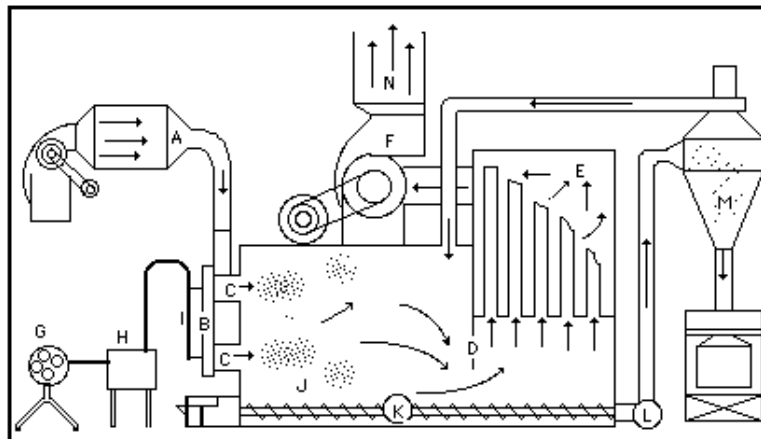


Figure I.5. Le sécheur horizontal à pulvérisation (Rogers)

I-1.5. PRINCIPE DE STRUCTURE DU SYSTEME DE SECHAGE PAR ATOMISATION

Il y a beaucoup de systèmes variés de séchage par atomisation qui sont fabriqués pour satisfaire les besoins du produit, toutefois ils sont également constitués par les parties principales suivantes (Masters, 1991):

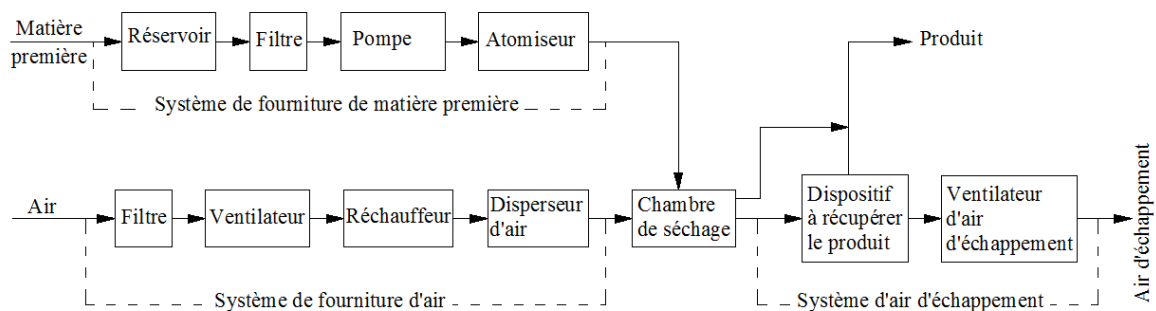


Figure I.6. Schéma de la structure du système de séchage par pulvérisation

I-1.5.A. Système de fourniture de matière première

Le système de fourniture de matière première comporte le réservoir, le filtre, la pompe, l'atomiseur. Ils doivent être fabriqués pour satisfaire les règles d'hygiène et l'entretien facile.

- *Le réservoir*: le volume du réservoir doit être suffisamment grand pour que le système fonctionne continuellement même si la fourniture de matière première est discontinue. On utilise souvent deux réservoirs qui fonctionnent alternativement pour assurer l'apport de matières premières au sécheur.

- *Le filtre*: il est utilisé pour éliminer les impuretés qui sont susceptibles de causer un dommage dans l'atomiseur.

- *La pompe*: elle est nécessaire pour transporter directement la matière première à l'atomiseur ou à un réservoir secondaire qui crée une pression constante. Les différents types de pompes sont utilisés en fonction des propriétés des matières premières; par exemple: la pompe à vis est très utilisée pour plusieurs types de matériaux comme le lait, la tomate, les produits pharmaceutiques... les pompes centrifuges sont utilisées avec des solutions et des suspensions.

- *L'atomiseur*: il est censé être le cœur du sécheur à pulvérisation. Il est utilisé pour transformer des matières premières liquides en gouttelettes avec la taille désirée et distribuer ces gouttelettes dans la

chambre de séchage. Un atomiseur idéal est susceptible de créer des gouttelettes fines individuelles avec des tailles égales. La vitesse de transfert de chaleur, de masse et le temps de séchage sont égales pour toutes les gouttelettes, cela assure l'uniformité du produit sec. La détérioration du produit est limitée par l'évaporation très rapide et un temps court de séchage.

I-1.5.B. Classification d'atomiseurs

En fonction de la forme énergétique qui affecte le liquide, on classe les atomiseurs comme suit (Masters, 1991):

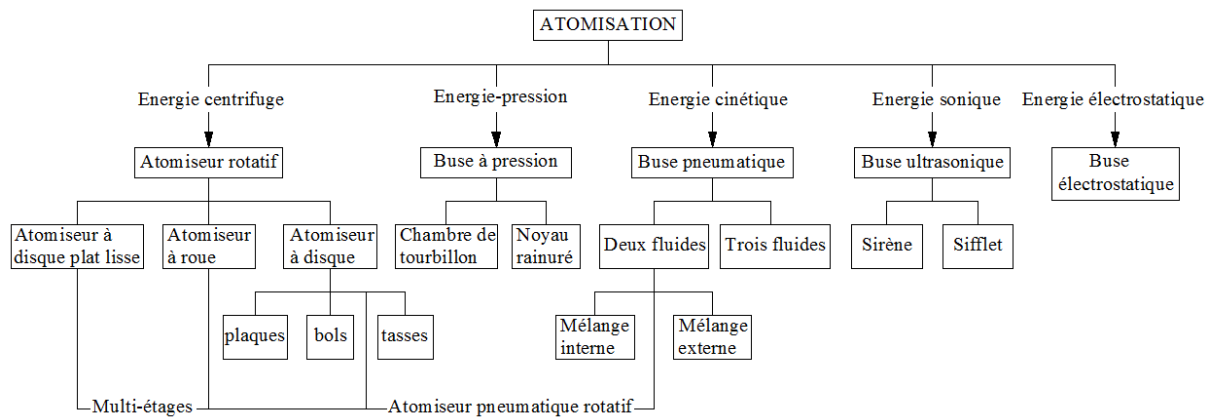


Figure I.7. La classification d'atomiseurs

I-1.5.B.1. Atomiseur rotatif

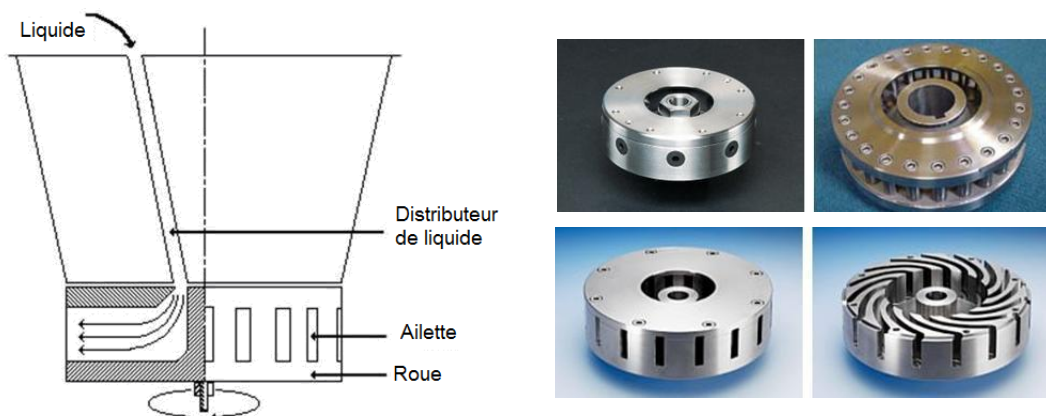


Figure I.8. La constitution de l'atomiseur rotatif

Dans l'atomisation rotative, la matière première liquide est accélérée par l'énergie centrifuge et obtient une très grande vitesse avant d'être déchargée dans le milieu d'air. Le liquide est centralement distribué sur la roue, le disque ou la tasse. Le liquide s'étend sur la surface rotative en film fin et il est déchiré en gouttelettes fines en sortant de la périphérie.

L'atomiseur rotatif est susceptible de fonctionner dans le système de basse pression et de créer des sprays avec des caractéristiques variées. Cela dépend de la vitesse rotative, du débit d'alimentation, des propriétés du liquide et de la constitution de l'atomiseur. L'atomiseur à roue est très utilisé dans l'industrie, il peut créer des gouttelettes très uniformes avec toutes les gammes de taille (de la taille fine à la taille moyenne et grosse taille).

Atomiseur à disque plat lisse:

Lorsque le disque plat lisse tourne à une grande vitesse et que le liquide est fourni sur la surface rotative, le glissement sévère aura lieu entre le liquide et le disque. La vitesse du liquide est beaucoup plus faible que celle du disque. Le niveau de glissement dépend du débit d'alimentation et des propriétés physiques du liquide. Le degré d'atomisation procurable dépend de l'intensité de

l'accélération du liquide vers le rebord de la surface lisse. L'atomiseur à disque plat lisse est rarement utilisé dans le séchage par pulvérisation.

Atomiseur à roue:

Afin de prévenir le glissement, les ailettes sont utilisées. Le liquide est confiné par la surface de l'ailette et cela permet d'obtenir la vitesse maximale du liquide lors de la libération à la périphérie. L'atomiseur à roue est largement appliqué dans le séchage commercial. Quand le débit d'alimentation et la vitesse rotative sont faibles, la viscosité et la tension superficielle du liquide prédominent dans la formation des gouttelettes. Dans la condition commerciale (la vitesse du liquide et de la roue sont élevées), la désagrégation du liquide a lieu juste au bord de la roue en raison de l'effet frictionnel entre l'air et la surface du liquide qui émerge sous forme de film fin à partir de l'ailette. Afin d'obtenir l'homogénéité du spray, il faut maintenir les six conditions suivantes (Masters, 1991):

- . La roue tourne sans vibration
- . La force centrifuge est beaucoup plus grande que la force gravitationnelle
- . La surface de l'ailette est lisse
- . Le débit d'alimentation est uniforme
- . La surface de l'ailette est entièrement mouillée
- . La distribution du liquide vers la roue est uniforme

La prédiction de la taille moyenne de la gouttelette (Masters, 1991):

$$D_{vs} = \frac{1,4 \cdot 10^4 (M_L)^{0,24}}{(N \cdot d)^{0,83} \cdot (n \cdot h)^{0,12}} \quad (1.1a)$$

Où:

D_{vs} – diamètre moyen de la gouttelette (μm)

d – diamètre de la roue (m)

h – hauteur de l'ailette (m)

N – vitesse rotative de la roue (r.p.m)

M_L – débit massique du liquide (kg/h)

n – nombre d'ailettes

L'équation (1.1a) est très utilisée dans le séchage par pulvérisation. Afin d'obtenir l'exactitude la plus grande, les constantes dans l'équation (1.1a) doivent être expérimentalement déterminées vis à vis de chaque type de produit:

$$D_{vs} = \frac{K (M_L)^a}{(N)^b \cdot (d)^c \cdot (n \cdot h)^d} \cdot 10^4 \quad (1.1b)$$

Atomiseur à disque:

L'atomiseur à disque sans ailette comporte le type de bol, de tasse et de plaque. À la différence de l'atomiseur à roue, la friction entre le liquide et la surface du disque est augmentée pour prévenir le glissement du liquide sur la surface. La différence entre le type de bol, de tasse et de plaque réside dans leur angle conique. Lors du fonctionnement, le liquide est distribué sur le disque rotatif et commence à tourner à cause de la friction entre le liquide et la surface du disque. Le film fin du liquide est formé sur l'intégralité de la superficie contactée. Le spray est créé par la désagrégation de ce film fin. L'atomiseur à disque sans ailettes n'est guère utilisé dans le séchage par

pulvérisation commercial. Le type de bol et de plaque sont souvent appliqués quand la poudre grossière est demandée en grande production. Le type de tasse est utilisé quand le débit d'alimentation est très faible.

I-1.5.B.2. Buse à pression

Le principe de la buse à pression est la conversion de la pression du liquide en énergie cinétique des films de liquide en mouvement. Les films liquides sont brisés sous l'influence des propriétés physiques du liquide et par l'effet frictionnel avec le milieu où les films liquides sont déchargés. Ces films deviennent rapidement instables dès qu'une influence quelconque cause la fluctuation dans l'ordre de ces films et cela accélère la désagrégation.

La conversion de l'énergie de pression dans la buse à pression est effectuée par la transmission du mouvement rotatif au liquide. La structure interne de la buse décide la formation du film liquide conique et sa capacité de désagrégation. Les méthodes de transmission du mouvement rotatif dans la buse à pression comportent l'utilisation des inserts cannelés spirals, des inserts cannelés inclinés ou des inserts tourbillonnaires. La forme du spray créé par la buse à pression est conique et les caractéristiques du spray sont sous l'influence du débit d'alimentation, de la viscosité, de l'angle à pulvériser, de la taille de l'orifice...

La prédiction de la taille moyenne de la gouttelette (Masters, 1991):

$$D_{vs} = \frac{2774 \cdot Q^{0,25} \cdot \mu}{\Delta P^{0,5}} \quad (1.2)$$

Avec:

Q – débit volumétrique d'alimentation (ml/s)

μ - viscosité (MPa s)

ΔP – chute de pression (kPa)

La buse à pression est utilisée dans plusieurs applications variées quand la viscosité de la matière première liquide est faible et il n'y a pas des grandes particules dans la suspension. Avec la grande vitesse d'alimentation, le spray est moins uniforme et les gouttelettes sont plus grossières. De plus, une pompe haute pression est toujours exigée lors de l'utilisation de cette buse.

Toutefois, les avantages de la buse à pression sont le faible coût, le remplacement et l'entretien faciles.

I-1.5.B.3. Buse pneumatique

Le mécanisme de l'atomisation pneumatique est d'utiliser un gaz à la vitesse élevée pour créer une force de frottement importante sur la surface du liquide et causer la désagrégation du liquide en gouttelettes. La désagrégation du liquide a lieu selon deux phases: dans la première phase, le liquide est déchiré en filaments et en gouttes de grandes dimensions. Dans la deuxième phase, ces formes sont divisées en gouttelettes fines. Ce processus est sous l'influence des propriétés du liquide comme la tension superficielle, la viscosité, la densité...et des propriétés du flux de gaz comme la vitesse et la densité. Les gaz qui sont utilisés dans l'atomisation pneumatique peuvent être l'air comprimé, la vapeur ou le gaz inerte pour le cycle de séchage clos. Il faut produire une vitesse relative élevée entre le gaz et le liquide pour que le liquide soit sous la condition frictionnelle optimale. Il y a quatre façons de mettre en contact entre le liquide et le gaz:

- . Le contact a lieu dans la tête de la buse (mélange interne)
- . Le contact a lieu à l'extérieur de la tête de la buse (mélange externe)
- . Combiner le mélange interne et externe en utilisant deux flux de gaz (la buse trois fluides)
- . Le contact a lieu à la jante de la tête de la buse rotative (atomiseur pneumatique rotatif)

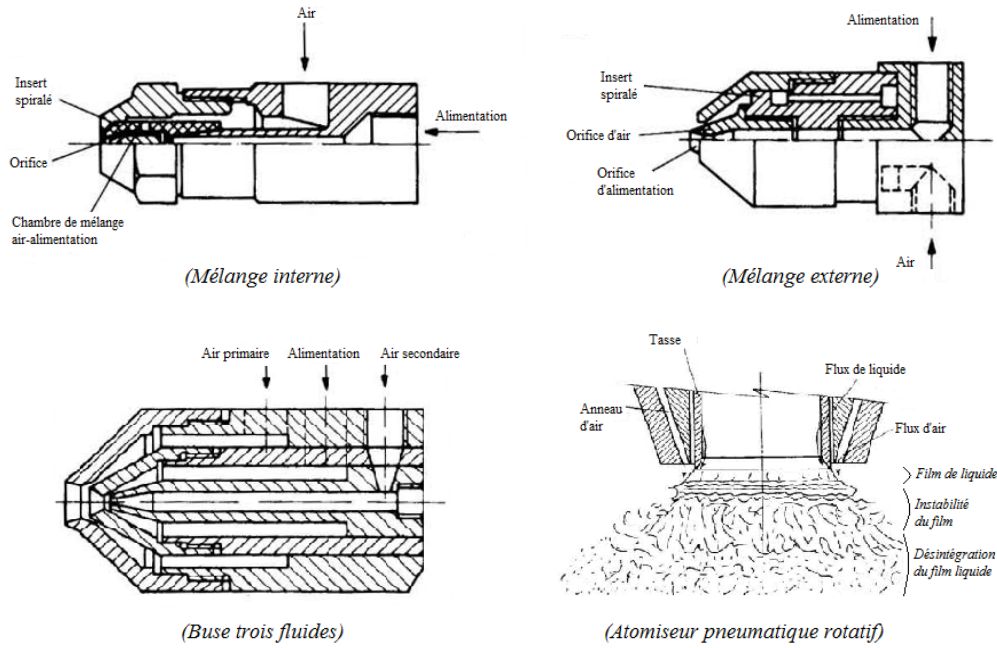


Figure I.9. Quelques exemples de buses pneumatiques

Avec la faible viscosité du liquide, la buse pneumatique peut créer des sprays qui sont caractérisés par les gouttelettes fines et une bonne homogénéité. Et inversement, les liquides plus visqueux, des gouttes plus grossières avec une faible homogénéité sont formées. La buse pneumatique est très flexible, elle peut produire des gouttes plus ou moins grandes avec une large gamme de débit d'alimentation et cela dépend de la pression du gaz.

La taille moyenne de la gouttelette peut être calculée par la relation suivante (Masters, 1991):

$$D = \frac{A}{(V_{rel}^2 \cdot \rho_a)^\alpha} + B \cdot \left(\frac{M_{air}}{M_{liq}} \right)^{-\beta} \quad (1.3)$$

Où:

V_{rel} – vitesse relative entre l'air et le liquide à la tête de la buse (m/s)

M_{air}/M_{liq} – taux massique de l'air et le liquide

α, β – fonctions qui dépendent de la structure de la buse

A, B – constantes qui dépendent des propriétés du liquide et de la structure de la buse.

Dans le séchage par pulvérisation, l'équation de Kim-Mashall (1971) est très utilisée:

$$D = 5356 \cdot \frac{\sigma^{0,41} \mu_l^{0,32}}{(V_{rel}^2 \rho_a)^{0,57} A_G^{0,36} \rho_l^{0,16}} + 3440 \left(\frac{\mu_l^2}{\sigma \cdot \rho_l} \right)^{0,17} V_{rel}^{-0,54} \left(\frac{M_{air}}{M_{liq}} \right)^m \quad (1.4)$$

Avec :

$$\begin{cases} \frac{M_{air}}{M_{liq}} < 3 \Rightarrow m = -1 \\ \frac{M_{air}}{M_{liq}} > 3 \Rightarrow m = -0,5 \end{cases}$$

D – diamètre moyen de la gouttelette (μm)

M_{air}, M_{liq} – débit massique de l'air et du liquide (kg/h)

A_G – superficie de la section transversale de l'orifice d'air (m^2)

μ_l – viscosité du liquide (Pa.s).

σ - tension superficielle du liquide (N/m).

V_{rel} – vitesse relative entre le liquide et l'air à la tête de la buse (m/s).

ρ_a, ρ_l – densité de l'air et du liquide (kg/m³).

Les avantages des buses pneumatiques résident dans leur capacité de production des sprays avec l'homogénéité élevée et la fine taille de gouttelette. Ces caractéristiques des sprays peuvent être obtenues dans une large gamme des conditions de fonctionnement. De plus la buse pneumatique n'exige pas la pompe haute pression.

Toutefois, les inconvénients des buses pneumatiques concernent le prix élevé du système d'air comprimé, la réduction de la capacité du sécheur car l'air frais entre dans la chambre de séchage et l'efficacité de la buse est très basse.

I-1.5.B.4. Buse ultrasonique (piézoélectrique)

L'atomisation ultrasonique est une technique qui est utilisée pour produire un fin spray du liquide. Grâce à l'utilisation du transducteur piézoélectrique, il est facile de former un spray extrêmement homogène et la taille de gouttelettes est très constante.

- **L'effet piézoélectrique:** Certaines matières ont la capacité de produire de l'électricité lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée. Ou inversement, une déformation mécanique est produite lorsqu'un champ électrique est appliqué. C'est ce qu'on appelle l'effet piézoélectrique. L'effet piézoélectrique se produit lorsque l'équilibre de la charge dans le réseau cristallin d'un matériau est perturbé. Lorsqu'il n'y a pas de contrainte appliquée sur le matériau, les charges positives et négatives sont réparties uniformément de sorte qu'il n'existe pas de différence de potentiel. Lorsque le réseau est légèrement changé, le déséquilibre de charge va créer une différence de potentiel. L'effet piézoélectrique inverse se produit lorsque le champ électrostatique créé par un courant électrique provoque des atomes dans la matière à se déplacer légèrement.

Une substance piézoélectrique est celle que sa structure cristalline ne présente pas de centre de symétrie. Les matériaux piézoélectriques sont classifiés en deux groupes. Ce sont les cristaux et les céramiques. Certaines substances piézoélectriques sont très utilisées comme le quartz, la céramique BaTiO₃, PZT...

- **Le principe de fonctionnement:** Dans l'atomisation ultrasonique, le spray est formé à l'aide des vibrations à haute fréquence. Ces vibrations sont produites par une paire de cristaux piézoélectriques céramiques qui transforment l'énergie électrique en mouvement mécanique à l'aide de l'extension et de la contraction comme réponse aux pulsations électriques.

Les deux hypothèses principales sont proposées pour expliquer le mécanisme de la désintégration du liquide pendant l'atomisation ultrasonique, à savoir l'hypothèse d'onde capillaire et l'hypothèse de cavitation (Rajan and Pandit, 2001). L'hypothèse d'onde capillaire est basée sur le critère d'instabilité Taylor. L'hypothèse de cavitation est généralement appliquée aux systèmes d'haute fréquence et d'intensité d'énergie élevée. Dans un exemple, la structure de la buse ultrasonique (Sono-Tek, 2012) est représentée sur la figure I.10.

La buse ultrasonique emploie les ondes soniques à haute fréquence ($f > 20$ kHz). Les transducteurs piézoélectriques céramiques en forme de disque reçoivent l'entrée électrique sous forme de signal d'haute fréquence d'un générateur et la transforment en mouvement vibratoire à la même fréquence. Les deux cylindres en titane amplifient ce mouvement et augmentent l'amplitude vibratoire à la surface d'atomisation.

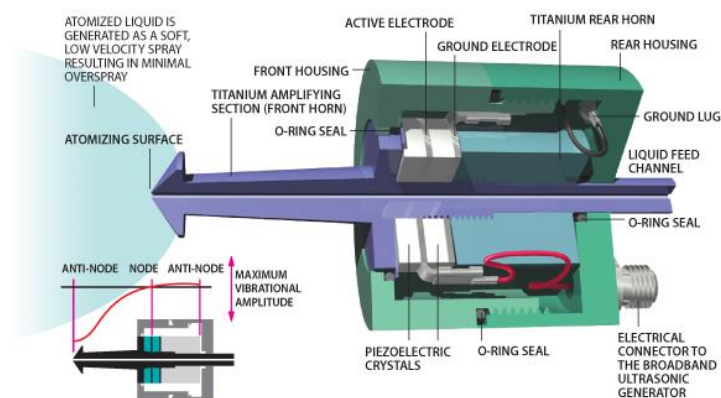


Figure I.10. Structure de la buse ultrasonique SONO-TEK

Les buses sont configurées de telle manière que l'excitation des cristaux piézoélectriques crée une onde stationnaire transversale dans le sens de la longueur de la buse. Elles sont conçues de façon qu'un plan nodal soit placé entre les cristaux. La surface d'atomisation doit être placée à un anti-nœud où l'amplitude vibratoire est la plus élevée. Donc la longueur de la buse doit être un multiple d'une demi-longueur d'onde. Parce que la longueur d'onde dépend de la fréquence d'opération, la dimension de la buse est gouvernée par la fréquence. En général, la buse à haute fréquence sera plus petite et créera les gouttellettes plus fines, par conséquent sa capacité de débit maximal sera plus faible que celle de la buse à fréquence basse. Le corps de la buse est fabriqué du titane en raison de ses très bonnes propriétés acoustiques, son excellente durabilité et sa résistance à la corrosion.

D'abord, le liquide introduit dans la surface d'atomisation grâce à un tube d'alimentation large et non-bouché qui est installé dans le sens de la longueur de la buse. Il absorbe une partie de l'énergie vibratoire et établit le mouvement d'onde à la surface du liquide. Afin que le liquide atomise, l'amplitude vibratoire de la surface d'atomisation doit être soigneusement contrôlée. L'énergie sera insuffisante pour produire les gouttellettes si l'amplitude est moins que l'amplitude critique. Si l'amplitude est excessivement élevée, le liquide est déchiré et les grands "morceaux" du liquide sont éjectés. Pour l'atomisation ultrasonique, les niveaux de l'énergie sont généralement moins de 15 watts (Sono-Tek, 2012).

- **La capacité d'application:** La buse ultrasonique est utilisée dans le séchage par pulvérisation, particulièrement dans les industries pharmaceutiques et alimentaires, dans la production des nanoparticules. L'atomisation ultrasonique est appliquée pour les liquides qui ne peuvent pas être pulvérisés avec succès dans l'atomiseur rotatif, la buse à pression, la buse pneumatique...en vue d'obtenir des tailles désirées de gouttellette. Ces liquides peuvent être le liquide non-newtonien, trop visqueux, ayant la structure moléculaire longue-chaîne ou les liquides qui exigent une pression ou une vitesse rotative excessive....

Les buses ultrasoniques couvrent une large gamme de débit (de quelques microlitres/min à quelques gallons/hr). Le débit maximal dépend aussi de fréquence de fonctionnement. Dans une même surface d'atomisation, plus la fréquence est basse, plus le débit maximal est important. En plus, si plus la viscosité ou la teneur en solide de la solution est élevée, plus le débit maximal est faible.

- **Le prédiction de la taille des gouttellettes:** La fréquence de la vibration ultrasonique détermine la taille des gouttellettes dans l'atomisation ultrasonique, donc les gouttes très fines (1-5 μ m) peuvent être produites par l'augmentation de fréquence. L'épaisseur du film liquide formée sur la surface vibratoire a aussi de l'influence sur la taille des gouttellettes et elle est contrôlée par le rajustement de débit du liquide. L'épaisseur du film liquide est influencée par les propriétés physiques-chimiques du liquide, principalement la tension superficielle et la viscosité.

Quoiqu'il y ait beaucoup de catégories d'atomiseur qui sont produites par l'ultrason, les atomiseurs d'onde capillaire sont très utilisés. Quand la majorité des gouttellettes sont formées par le mécanisme d'onde capillaire, la taille de gouttellettes peut être estimée par l'équation de Lang (1962):

$$d_p = 0,34 \left(\frac{8\pi\sigma}{\rho \cdot f^2} \right)^{1/3} \quad (1.5)$$

Avec:

σ - la tension superficielle (dyne/cm)

ρ - la densité (g/ml)

f - la fréquence d'excitation (Hz)

d_p - la taille de gouttelette (cm)

L'équation de Lang n'indique pas la dépendance de la viscosité du liquide et du débit volumétrique du liquide. Afin de prédire la taille des gouttelettes avec le débit important du liquide, une autre équation est proposée par Mochida (1978):

$$d_p = 31,7 \left(\frac{\sigma}{\rho} \right)^{0,354} \cdot \eta^{0,303} \cdot Q^{0,139} \quad (1.6)$$

Où:

η - la viscosité du liquide (cP)

Q - le débit volumétrique (lpm)

Cette équation est moins satisfaisante parce qu'elle ne tient pas compte de la fréquence d'excitation et de l'amplitude des oscillations.

Dans les études récentes, Rajan et Pandit (2001) ont proposé une corrélation par l'introduction des nombres sans dimension qui incluent des propriétés physiques-chimiques du liquide et des paramètres ultrasoniques:

$$d_p = \left(\frac{\pi\sigma}{\rho f^2} \right)^{0,33} \cdot \left[1 + A(We)^{0,22} (Oh)^{0,166} (I_N)^{-0,0277} \right] \quad (1.7)$$

Sur la base des données expérimentales, une équation empirique est proposée :

$$d_p = 1600 \cdot \left(\frac{P}{F} \right)^{-0,4} \cdot \eta^{0,166} \cdot Q^{0,207} \cdot f^{-0,66} \cdot \sigma^{0,11} \cdot \rho^{-0,274} \quad (1.8)$$

Avec:

$We = \left(\frac{fQ\rho}{\sigma} \right)$ - le nombre Weber modifié

$Oh = \frac{\eta}{(f \cdot A_m^2 \cdot \rho)}$ - le nombre Ohnesorge modifié

$I_N = \frac{f^2 A_m^4}{C \cdot Q}$ - le nombre d'intensité

A_m - l'amplitude d'onde sonore (μm)

C - la vitesse sonore dans le milieu liquide (m/s)

σ - la tension superficielle (N/m)

ρ - la densité (kg/m^3)

f - la fréquence d'excitation (Hz)

d_p - la taille de gouttelette (μm)

η - la viscosité du liquide (Pa.s)

Q - le débit volumétrique (m^3/s)

P - la puissance (W)

F - la surface de vibration (m^2)

Dans le séchage par pulvérisation, le changement de la taille de gouttelettes dépend du type d'atomiseur. Toutefois la taille minimale des gouttelettes qui peuvent être produites par l'atomiseur ultrasonique est environ $4,5\mu\text{m}$ (Iskandar, 2009). Pour cette raison, le choix d'atomiseur est limité lors de la production des nanoparticules. Afin de contrôler la taille des particules dans la gamme nanomètre, le changement de concentration de la matière première est le dernier et le meilleur choix (Nandiyanto and Okuyama, 2011). Quand la concentration du composant principal est faible, le solvant est évaporé pendant le processus de séchage, les gouttelettes perdent la plupart de leur volume. Cela permet de produire les particules très fines. Toutefois, la diminution de concentration de la matière première pour obtenir les nanoparticules diminuera fortement le taux de production.

- Les avantages et les inconvénients:

Les principaux avantages des atomiseurs ultrasoniques sont:

- . La taille des gouttelettes est plus fine et peut être parfaitement contrôlée.
- . La distribution de la taille des gouttelettes est plus uniforme et la sphéricité des gouttelettes est élevée.
- . Le modèle du spray peut varier à travers la conception de la surface vibratoire.
- . Le processus d'atomisation ultrasonique ne compte pas sur la pression, la quantité de liquide atomisée est principalement contrôlée par le système de délivrance de liquide. En plus il est susceptible de convenir aux matières abrasives et corrosives.
- . La vitesse du spray est très faible, la taille de la chambre de séchage peut diminuer considérablement. La capacité de délivrance de la quantité très faible des matériaux est extrêmement importante dans les applications pharmaceutiques.
- . L'exigence de l'énergie et le coût de l'entretien sont faibles.

Malgré plusieurs avantages, les atomiseurs ultrasoniques ont encore quelques inconvénients suivants:

- . Sans flexibilité, chaque atomiseur fabriqué ne fonctionne que efficacement à une fréquence fixe.
- . La fonction du transducteur piézoélectrique est limitée par la température d'opération maximale. La propriété piézoélectrique du matériau va disparaître à cette température.
- . Le rendement est limité par la superficie de la surface vibratoire. Parce que le transducteur à haute fréquence est minuscule, les atomiseurs ultrasoniques industriels ne peuvent pas fonctionner avec les transducteurs à haute fréquence. Bien que les transducteurs piézoélectriques puissent fonctionner dans la gamme large de la fréquence (de 30 kHz à 5 MHz), ils ne peuvent pas fonctionner aux basses fréquences pour obtenir un rendement élevé, car l'amplitude vibratoire est insuffisante pour former des gouttelettes.

I-1.5.B.5. Buse électrostatique

Les buses électrostatiques fonctionnent en créant un potentiel électrique autour de la buse et de la surface d'impact (Ashgriz, 2011). Une charge électrique est induite sur la surface du liquide qui est pulvérisé, et une charge électrique opposée est induite sur la surface d'impact. Les charges semblables créées sur la surface du liquide augmentent fortement sa tension de surface, et le film du

liquide est divisé en ligaments. Lorsque la charge est continûment appliquée, les ligaments sont atomisés en gouttelettes. Le degré d'atomisation dépend du potentiel électrique créé par unité de surface. Dans la buse électrostatique, un champ électrique haute tension (≈ 1 à 60 kV) est souvent appliqué (Gomez and Saleh, 2012). La taille des particules peut descendre jusqu'à quelques centaines de nanomètres. Outre les propriétés surfaciques du liquide, ses propriétés électriques jouent également un rôle important et doivent être connues pour une meilleure maîtrise du procédé.

I-1.5.C. Système de fourniture d'air de séchage

Le système de fourniture d'air comporte le filtre d'air, le réchauffeur, le ventilateur et le disperseur d'air.

- *Le filtre d'air*: le filtre a un rôle important dans l'élimination des impuretés qui peuvent entrer dans la chambre de séchage avec l'air de séchage et influencer la qualité du produit. Dans le cycle de séchage clos, le filtre est aussi utilisé pour récupérer l'intermédiaire de séchage échappé qui retournera à la chambre de séchage.

- *Le réchauffeur d'air*: on peut réchauffer directement ou indirectement l'air. Les sources de fourniture de chaleur peuvent être la vapeur, le gaz, l'essence, l'huile, l'électricité etcetera. La sélection de source de chaleur dépend du type de produit et de la disponibilité du combustible. Les produits de séchage peuvent être classifiés selon leur exigence de réchauffeur en quatre groupes suivants (Masters, 1991):

+ Les produits sont susceptibles de résister à la haute température et d'entrer en contact avec les produits de combustion tels que l'argile, les minerais concentrés et plusieurs matières inorganiques. Dans ce cas, les réchauffeurs directs à gaz ou à huile sont utilisés.

+ Les produits sont susceptibles de résister à la haute température mais ne peuvent pas entrer en contact avec les produits de combustion comme les sels inorganiques, l'engrais...Pour ces produits, il faut utiliser les réchauffeurs indirects à gaz ou huile.

+ Les produits sont susceptibles d'entrer en contact avec les produits de combustion mais ne résistent pas à la haute température comme les sels organiques et inorganiques...Les réchauffeurs directs à gaz et huile sont utilisés en compagnie avec le système automatique d'alarme et de contrôle de haute température.

+ Les produits ne sont pas susceptibles de résister à la haute température et d'entrer en contact avec les produits de combustion tels que les produits alimentaires, plusieurs produits chimiques. Dans ce cas, il faut utiliser les réchauffeurs indirects. Avec les petits systèmes, on peut utiliser les réchauffeurs à électricité ou à phase liquide.

- *Le ventilateur de fourniture d'air*: le type centrifuge est souvent utilisé pour introduire l'air de séchage dans le réchauffeur, ensuite entrer dans la chambre de séchage par le disperseur d'air.

- *Le disperseur d'air*: le fonction du disperseur d'air est de donner la chaleur exigée au processus de séchage, de contrôler le trajet des gouttelettes/particules et retirer rapidement l'humidité vaporisée de la zone d'atomisation.

I-1.5.D. Chambre de séchage

La chambre de séchage fournit de l'espace et du temp de résidence aux particules pour que les produits obtiennent l'humidité désirée sans dégradation thermique et sans dépôts indésirables sur le mur de la chambre de séchage. La chambre de séchage est souvent fabriquée pour retirer la majorité des produits à sa base ou tous les produits sont transportés de compagnie avec l'air à l'appareil de séparation et de récupération de la poudre. La chambre de séchage est produite selon trois catégories suivantes (Masters, 1991):

Chambre de séchage à co-courant:

Le flux d'air est soufflé à co-courant avec la matière première. Le disperseur d'air et l'atomiseur

sont placés soit au sommet soit à la base soit au bout de la chambre. Ces types de chambre de séchage sont appliqués pour les drogues thermosensibles parce qu'au début l'air à haute température entrera en contact avec le flux de produit à grande humidité, ensuite la température de l'air diminuera progressivement en sens de mouvement du flux de produit. Certains types de chambre de séchage à co-courant sont représentés dans la figure I.11.

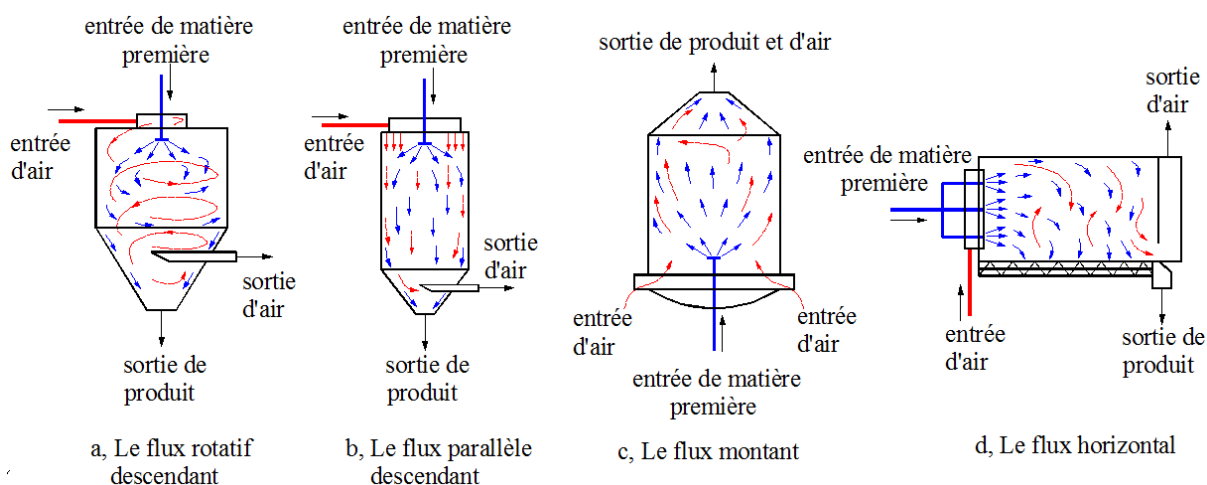


Figure I.11. La chambre de séchage à co-courant

Chambre de séchage à contre-courant:

Le flux d'air est soufflé à contre-courant avec la matière première. L'atomiseur est placé face au disperseur d'air. La chambre de séchage à contre-courant ne convient pas les produits thermosensibles car l'air à haute température entrera en contact avec le produit sec, donc le produit est facilement abîmé à cause de la dégradation thermique, de la perte de l'arôme et de la couleur.

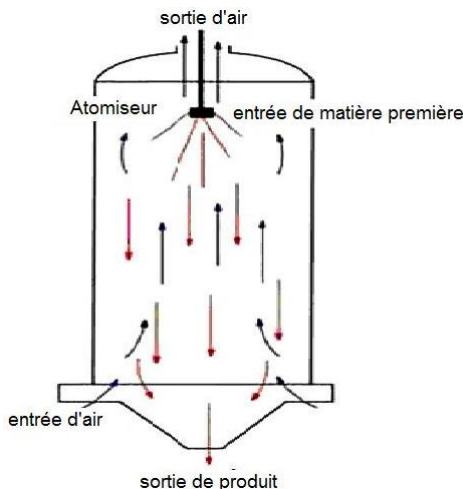


Figure I.12. La chambre de séchage à contre-courant

Chambre de séchage à flux mixte:

Le flux d'air est soufflé à la fois co-courant et contre-courant avec le produit. Cela peut être effectué selon deux façons suivantes:

. Le flux d'air est soufflé en deux sens alors que le flux de produit est introduit en un seul sens. La sortie d'air, l'entrée d'air et l'atomiseur sont ensemble placés au sommet de la chambre (figure I.13a)

. Le flux d'air est soufflé en un seul sens alors que le flux de produit est réparti en deux sens. L'atomiseur est placé à la base de la chambre et le produit est déchargé contre le courant d'air. L'entrée de produit se situe à la base de la chambre (figure I.13b).

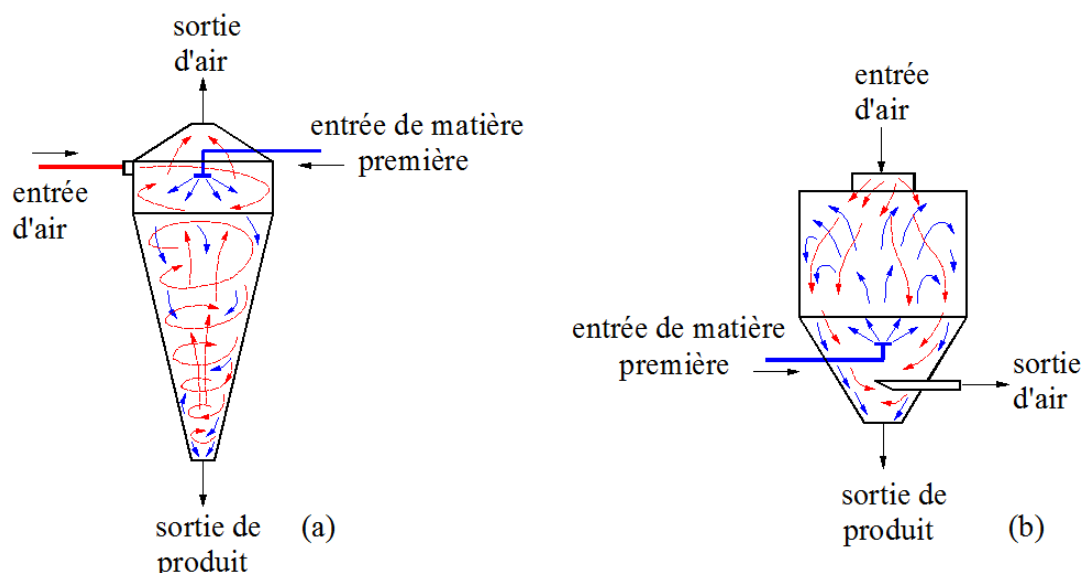


Figure I.13. La chambre de séchage à flux mixte

I-1.5.E. Système de séparation et de récupération de la poudre

La poudre sèche qui sort de la chambre de séchage avec l'air d'échappement doit être efficacement séparée et récupérée pour maintenir la plus grande capacité du sécheur et éviter la pollution de l'environnement. Afin de satisfaire cette demande, on utilise souvent le filtre sec et humide. Le produit sec récupéré par le filtre sec sera transporté au traitement plus loin ou à la chambre de l'emballage. Les équipements secs (comme le cyclone, le filtre à manches (bagfilter), le précipitateur électrostatique...) sont utilisés en tant qu'étape principale de séparation et de récupération de produit. Le produit humide récupéré par le filtre humide peut recycler à la partie de prétraitement de la matière première ou simplement il est censé être un déchet effluent. Les équipements humides sont utilisés en tant que filtres supplémentaires pour éviter la pollution de l'environnement, ils épurent de l'air qui a traversé les filtres principaux dans le système. La classification des équipements de séparation et de récupération du produit est présentée dans la figure I.14 (Masters, 1991).

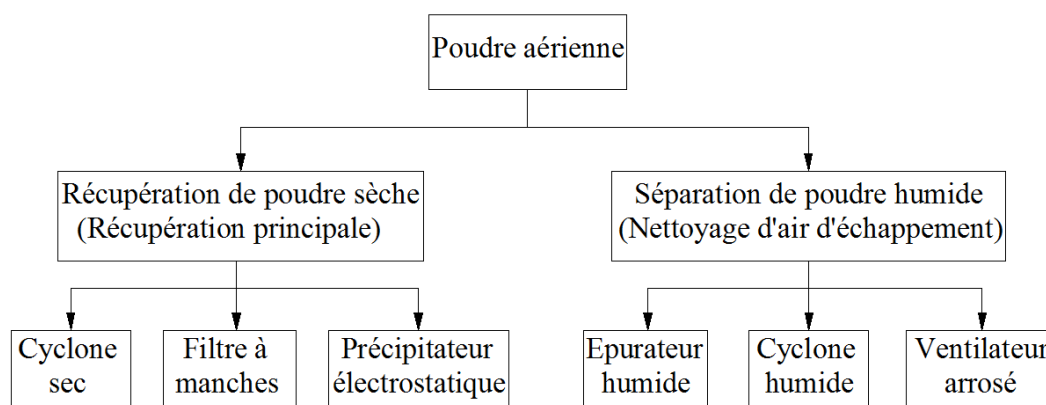


Figure I.14. Classification des équipements de séparation et de récupération du produit

Le cyclone est très utilisé grâce au bas prix, au fonctionnement simple et au très peu d'entretien. L'efficacité du cyclone peut satisfaire la majorité du produit de séchage par pulvérisation sans qu'il faille des filtres supplémentaires. Toutefois, lors de l'exigence de récupération de 100% des poudres sèches, il faut l'utiliser de compagnie avec le filtre à manches. La sélection d'équipement de séparation et de récupération du produit dépend de la taille des particules, du débit d'air, de la vitesse d'air, de l'efficacité de récupération exigée ...

I-1.6. LES ELEMENTS D'INFLUENCE DANS L'OPERATION DE SECHAGE PAR ATOMISATION

I-1.6.A. L'influence de la viscosité

La capacité de pulvérisation du liquide dépend étroitement de la viscosité du liquide à l'atomiseur. Si la viscosité est trop élevée, le liquide atomisé a tendance à former les gouttelettes non-sphériques, les filaments ou les ficelles (APV, 2000). Afin de diminuer la viscosité du liquide, la méthode la plus simple est d'ajouter de l'eau à la solution. Mais cela cause la diminution subite de capacité du sécheur. Une méthode plus efficace est d'augmenter la température du liquide. Cela permet aussi d'augmenter la capacité du sécheur car il faut fournir moins de la chaleur pour hausser la température des gouttelettes.

I-1.6.B. L'influence de la taille de l'orifice de l'atomiseur

La sélection de taille de l'orifice dépend du débit d'alimentation et de la taille désirée de gouttelettes. Afin d'obtenir les gouttelettes fines et avec un débit fixe, il faut un petit orifice. Vis à vis des gouttelettes plus grossières, les orifices plus larges sont utilisés. Lors de l'augmentation de débit, il faut utiliser les orifices plus larges ou augmenter la pression de l'atomiseur pour créer les gouttelettes plus fines.

I-1.6.C. L'influence de la pression de l'atomiseur

La pression de l'atomiseur influence fortement la taille de particule du produit sec. Si on veut la taille de particule plus large, il faut utiliser la pression plus basse. Vis à vis de la taille plus fine, il est besoin de la pression plus haute. D'autre part, plus le débit d'alimentation est important, plus la pression exigée est élevée.

I-1.6.D. L'influence du débit d'alimentation

Le débit d'alimentation est utilisé pour contrôler la température de sortie de l'air et pour en maintenir une valeur déterminée. Cela permet de contrôler l'humidité du produit sec. Quand la température d'entrée de l'air augmente, il faut augmenter le débit d'alimentation pour diminuer la température de sortie de l'air. Si on augmente le débit d'alimentation alors que les conditions de séchage et de pulvérisation sont maintenues, la taille de particule et la masse volumique du produit sec augmenteront (Masters, 1991).

I-1.6.E. L'influence de la teneur en matière solide du liquide

La teneur en matière solide du liquide augmente, la taille de particule du produit sec augmentera aussi. Quand la température de séchage et le débit d'alimentation sont constants, si on augmente la teneur en matière solide, la charge de vaporisation diminuera et il en résulte que l'humidité de la poudre est plus basse. Le processus de vaporisation trop rapide est susceptible de former les particules creuse et la masse volumique totale sera plus basse.

I-1.6.F. L'influence de la température de matière première

Afin d'adapter à la pompe de matière première et l'atomiseur, l'augmentation de température du liquide qui vise à la diminution de viscosité influencera les propriétés du produit sec. Vis à vis des liquides moins visqueux sous la condition de température de la chambre, l'influence de l'augmentation de température du liquide peut être laissé passer. L'augmentation de température du liquide diminuera le total de quantité de chaleur exigé du processus de vaporisation. Toutefois la quantité de chaleur du liquide est beaucoup plus faible que celle exigée du processus de vaporisation.

I-1.6.G. L'influence de la tension superficielle

La tension superficielle influence les opérations d'atomisation et de séchage. C'est pourquoi elle influence aussi les propriétés du produit sec. Avec les matières premières à tension superficielle

faible, il est facile de créer les gouttelettes plus fines, le spray comporte plus de gouttelettes fines et la distribution de la taille de gouttelette a tendance à s'étendre. Les liquides avec une tension superficielle élevée peuvent former les gouttelettes plus grossières, et la distribution de la taille de gouttelette a tendance à se restreindre.

I-1.6.H. L'influence de la température d'entrée de l'air

L'influence de la température de séchage dépend de la caractéristique de séchage de chaque type de produit. Vis à vis des particules qui ont tendance à gonfler lors du séchage, si on augmente la température de séchage, la masse volumique du produit diminuera. Toutefois, si la température augmente excessivement, le processus de vaporisation se passera trop vite, donc les particules sont gonflées, brisées ou désagrégées. Il en résulte que les fractions minuscules seront agglomérées en poudre avec la masse volumique plus élevée. La température d'entrée de l'air influence aussi l'humidité de la poudre à cause du changement de l'humidité de sortie de l'air.

Le séchage à haute température va améliorer l'efficacité thermique du processus de séchage. Toutefois, il y a trois éléments qui limitent l'augmentation de température d'entrée de l'air (Masters, 1991):

- La température d'ignition de la poudre: la poudre peut prendre feu et brûler si elle est exposée à une température plus haute que sa température d'ignition.
- Le produit peut être roussi par la haute température et la qualité du produit diminue à cause du changement de couleur et de goût.
- La capacité à absorber l'humidité de la poudre: Plus la température de séchage est haute, plus l'eau est violemment vaporisée. Cela cause l'augmentation d'humidité de l'air dans la chambre de séchage et la poudre devient gluante. Il en résulte que les dépôts et l'agglomération auront lieu dans la chambre de séchage.

I-1.6.I. L'influence de la température de sortie de l'air

La température de sortie de l'air influence fortement l'humidité de la poudre. Si la température de sortie est basse, l'humidité de la poudre augmentera. La température de sortie est contrôlée par le rajustement du débit d'alimentation à l'atomiseur. Quand la matière première est davantage pulvérisée, le milieu dans la chambre de séchage est refroidi et la température de sortie de l'air diminuera. Si la fourniture de matière première n'est pas proportionnée à la demande, la température de sortie ne peut pas diminuer.

I-1.6.J. L'influence de la vitesse relative entre l'air et le spray

Quand la vitesse relative entre l'air et le spray augmente, le processus de mélange augmentera aussi et cela permet d'augmenter la vitesse d'échange de chaleur et de matière dans la chambre de séchage. Toutefois, si on augmente excessivement cette vitesse relative, les particules peuvent être déformées, brisées, désagrégées ou elles se sont agglomérées lors du contact avec les autres fractions dans le courant turbulent. Quand on augmente la vitesse relative, le temps de vaporisation sera plus court et la forme des particules du produit sec ne sera pas uniforme. Le changement de la masse volumique du produit varie selon le type de matière première et il n'y a aucune loi générale.

I-1.6.K. L'influence de l'humidité ambiante

Lors du séchage par pulvérisation des poudres très hygroscopiques, la variation d'humidité ambiante à cause du changement de saison, voire la pluie influence fortement les dépôts et l'adhérence dans la chambre de séchage. Si l'humidité ambiante est basse, la chambre de séchage est souvent propre. Mais la condition d'humidité élevée peut entraîner les dépôts et les blocs dans la chambre de séchage.

I-1.7. TRANSFERT DE CHALEUR ET DE MASSE DANS L'OPERATION DE SECHAGE PAR ATOMISATION

I-1.7.A. Contact entre les gouttelettes et l'air chaud

La manière de mettre en contact entre le spray et le flux d'air chaud a une influence importante sur la vitesse d'évaporation de la gouttelette, le temps de séjour optimal de la gouttelette dans une ambiance chaude et la mesure de la formation de dépôts sur la paroi de la chambre de séchage.

Quel que soit le mode de pulvérisation, chaque gouttelette est éjectée à une vitesse considérablement supérieure aux vitesses de l'air à l'intérieur de la chambre. Cependant, l'énergie cinétique des gouttelettes est rapidement dissipée par le frottement de l'air, et la pénétration directe est limitée à courte distance à partir de l'atomiseur. Les gouttelettes deviennent influencées par le flux d'air entourant.

Certains suppositions sont données pour étudier le mouvement des gouttelettes (Masters, 1991):

- Le transfert de chaleur entre la gouttelette et l'air chaud est réalisé par convection.
- Les gouttelettes constituant le spray sont sphériques
- Le spray est homogène
- Ne pas tenir compte du risque de coalescence et de rupture des gouttelettes au cours de la trajectoire.
- Pour la chambre de séchage avec le flux d'air rotatif, la vitesse de l'air est constante dans la direction axiale, mais varie dans la direction tangentielle.
- Pour la chambre de séchage avec le flux d'air non-rotatif, l'air de séchage est un flux avec les lignes de courant parallèles.

Pour les gouttelettes en mouvement relatif par rapport à l'air, il y a une force de résistance due au frottement entre l'air et la surface de la gouttelette, et une force de traînée liée à la forme de la gouttelette. Les forces agissant sur une seule gouttelette peut être exprimée par l'équation (Masters, 1991):

$$\frac{\pi}{6} D^3 \cdot \frac{dV}{d\tau} = \frac{\pi}{6} D^3 \cdot (\rho_l - \rho_a) \cdot g - \frac{1}{2} C_D \cdot \rho_a \cdot V_{rel}^2 \cdot A \quad (1.9)$$

Où:

D – Diamètre de la gouttelette (m)

C_D – Coefficient de traînée

ρ_l , ρ_a – Densité du liquide et de l'air (kg/m^3)

A - Aire, ($A = \pi D^2/4$ pour la goutte sphérique) (m^2)

V_{rel} – Vitesse relative de la gouttelette par rapport à l'air (m/s)

Lorsque les forces de gravitation et les forces de traînée sont égales, l'accélération des gouttelettes devient nulle et la vitesse des gouttelettes est constante. La vitesse constante est appelée la vitesse terminale de sédimentation.

I-1.7.A.1. Décélération des gouttelettes

Les gouttelettes quittant un atomiseur aux vitesses considérablement supérieures à la vitesse de l'air ambiant décélèrent rapidement en raison des forces de frottement agissant sur les surfaces des gouttelettes. Le taux de décélération détermine la pénétration des gouttelettes dans l'air entourant l'atomiseur. Giffen et Muraszew (GIFFEN and MURASZEW, 1953) ont élaboré des équations de décélération pour une gouttelette, libérée dans des conditions de l'air immobile avec la gravité

négligée.

- Écoulement laminaire :

$$\frac{dV}{d\tau} = -\frac{18\mu_a}{D^2 \cdot \rho_l} \quad (1.10)$$

- Écoulement semi-turbulent:

$$\frac{dV}{d\tau} = \frac{0,3 \cdot \rho_a}{D \cdot \rho_l} \cdot V^2 - \frac{30\mu_a}{D^2 \cdot \rho_l} \cdot V \quad (1.11)$$

- Écoulement turbulent:

$$\frac{dV}{d\tau} = -\frac{0,33 \cdot \rho_a}{D \cdot \rho_l} \cdot V^2 \quad (1.12)$$

Les équations ci-dessus sont souvent citées, mais l'utilisation pratique est limitée en raison de leur système simple. Il y a des méthodes plus précises pour décrire la décélération des gouttelettes à partir de l'atomiseur rotatif et de la buse.

1.1.7.A.1.a. Décélération des gouttelettes à partir de l'atomiseur rotatif

Pour une gouttelette quittant le bord d'un atomiseur rotatif, sa décélération peut être exprimée par des équations de mouvement dans le plan horizontal et vertical (Masters, 1991).

- Équation de mouvement dans la direction horizontale:

$$m \frac{dV_h}{d\tau} = -\frac{R'}{\rho_a \cdot V^2} \rho_a \cdot A \cdot V_h \cdot \sqrt{V_h^2 + V_v^2} \quad (1.13)$$

- Équation de mouvement dans la direction verticale :

$$m \frac{dV_v}{d\tau} = -\frac{R'}{\rho_a \cdot V^2} \rho_a \cdot A \cdot V_v \cdot \sqrt{V_h^2 + V_v^2} + mg \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_l} \right) \quad (1.14)$$

Où :

V_h - composante de vitesse horizontale (m/s)

V_v - composante de vitesse verticale (m/s)

m – masse de la gouttelette (kg)

R' - la force par unité de surface de la gouttelette projetée sur un plan perpendiculaire à la direction de mouvement des gouttelettes.

1.1.7.A.1.b. Décélération des gouttelettes à partir de la buse

Pour une gouttelette déchargée par la buse, dans la direction vers le haut ou vers le bas, l'équation (1.14) peut être utilisée pour exprimer le mouvement de la gouttelette dans le plan vertical. La composante de vitesse horizontale créée par l'angle de cône est exprimée par l'équation (1.13).

Si le spray vers le haut, à la fois la gravité et la force de frottement de l'air agissent ensemble pour retarder le mouvement de la gouttelette dans le plan vertical jusqu'à ce que la gouttelette soit mise au repos. Une fois que la goutte commence à tomber, la gravité et la force de frottement de l'air sont en opposition. Pour les buses avec le cône d'angle étroit, le déplacement de toutes les gouttelettes est principalement dans le plan vertical, et le mouvement des gouttelettes peut être considéré comme unidimensionnel dans un champ de gravitation.

Pour les gouttelettes avec le mouvement unidimensionnel vers le bas, l'équation de mouvement

peut être réécrite (Masters, 1991):

$$m \frac{dV_v}{d\tau} = -\frac{R'}{\rho_a \cdot V^2} \rho_a \cdot A \cdot V_v^2 + mg \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_l} \right) \quad (1.15)$$

I-1.7.A.2. Vitesse terminale (Gouttelette sphérique)

Quand la force de gravité et la force de frottement de l'air sont égales, la gouttelette atteint un état critique, l'équation d'équilibre des forces (1.9) peut être réécrite :

$$\frac{\pi}{6} D^3 \cdot (\rho_l - \rho_a) \cdot g = \frac{1}{2} C_D \cdot \rho_a \cdot V_t^2 \cdot \left(\frac{\pi D^2}{4} \right) \quad (1.16)$$

Donc la vitesse terminale:

$$V_t = \left[\frac{4 (\rho_l - \rho_a) \cdot g \cdot D}{3 C_D \cdot \rho_a} \right]^{1/2} \quad (1.17)$$

- Quand le nombre de Reynolds est inférieur à 0,2 :

$$V_t = \frac{(\rho_l - \rho_a) \cdot g \cdot D^2}{18 \cdot \mu_a} \quad (1.18)$$

- Quand le nombre de Reynolds est dans la gamme 0,2 - 500 :

$$V_t = \frac{0,225 \cdot D^{1,14} \cdot g^{0,71} \cdot (\rho_l - \rho_a)}{\rho_a^{0,29} \cdot \mu_a^{0,4}} \quad (1.19)$$

Dans les cas où la taille des gouttelettes est suffisamment grande pour produire une vitesse terminale en dehors des conditions d'écoulement laminaire, la vitesse terminale est mieux déterminée graphiquement.

I-1.7.B. Périodes du séchage des gouttelettes

Avec le contact entre la gouttelette et l'air de séchage (Figure I.15), la chaleur est transférée par la convection à partir de l'air chaud à la gouttelette, et convertie en chaleur latente au cours de l'évaporation de l'eau. L'humidité évaporée est transportée dans l'air par la convection à travers la couche limite qui entoure chaque gouttelette.

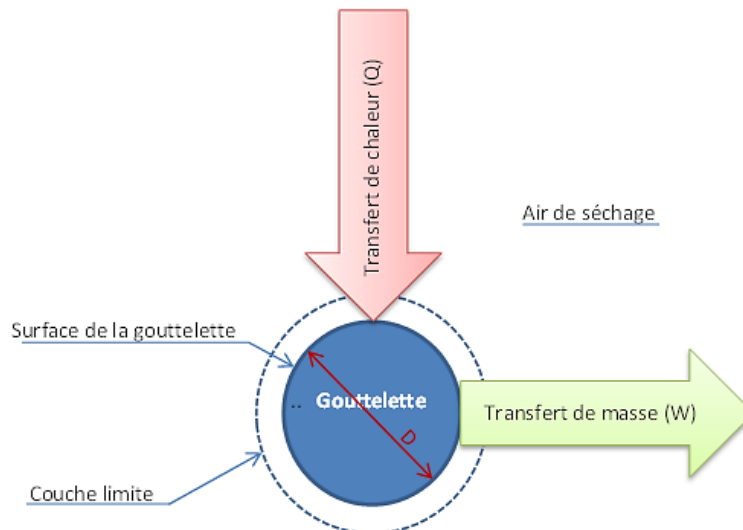


Figure I.15. Transfert de chaleur et de masse entre la gouttelette et l'air de séchage

La vitesse de la gouttelette quittant l'atomiseur diffère considérablement de la vitesse de l'air entourant, et en même temps avec le transfert de chaleur et de masse, il y a un échange de la quantité de mouvement entre la gouttelette et l'air. Le taux de transfert de chaleur et de masse est une fonction de la température, de l'humidité et des propriétés de transport de l'air entourant chaque gouttelette. Il est également une fonction du diamètre de la gouttelette et de la vitesse relative entre la gouttelette et l'air.

L'évolution d'évaporation pour des gouttelettes commence avec l'élimination de l'humidité à une vitesse presque constante; la température de surface des gouttelettes est constante; la pression partielle de la vapeur à la surface des gouttelettes est constante (première période du séchage ou séchage à vitesse constante). La majorité de l'humidité des gouttelettes est enlevée pendant cette période. L'humidité migre de l'intérieur de la gouttelette à un taux suffisamment élevé pour maintenir la saturation de surface. La température humide représente la température des gouttelettes. La vitesse d'évaporation peut être considérée comme constante. Ensuite, la vitesse d'évaporation diminue progressivement jusqu'à ce que le séchage soit terminé (deuxième période du séchage ou séchage à vitesse décroissante). La vitesse commence à baisser une fois que la teneur en eau des gouttelettes est réduite à la teneur en eau critique. L'évaporation des gouttelettes commence dès que les gouttelettes contactent avec l'air chaud. Le transfert d'humidité dans l'air est accompagné par l'abaissement de la température de l'air. La diminution de la température de l'air entraîne la réduction de la force motrice pour le transfert de chaleur, et la vitesse d'évaporation peut commencer à diminuer même si la saturation de surface est encore maintenue.

Le temps d'évaporation réelle des gouttelettes à une température fixe de l'air dépend de la forme des gouttelettes, de la composition chimique, de la structure physique, et de la concentration de solides. Le temps réel est la somme de la période à vitesse constante et la période à vitesse décroissante jusqu'à ce que l'humidité désirée soit atteinte.

Les caractéristiques générales de séchage sont illustrées par la courbe de vitesse de séchage (Figure I.16).

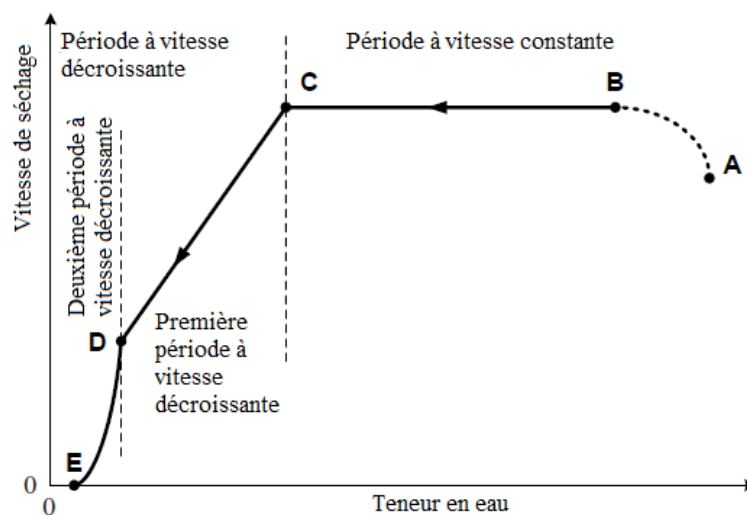


Figure I.16. Courbe de vitesse de séchage

- **Dans la phase AB:** la vitesse de séchage est immédiatement établie dès que les gouttelettes contactent avec l'air de séchage. La température de surface des gouttelettes augmente légèrement; et la vitesse de séchage croît dans les millisecondes nécessaires pour le transfert de chaleur à travers l'interface gouttelette-air pour établir un équilibre.

- **Dans la phase BC:** les conditions d'équilibre dynamique sont représentées. Le séchage progresse avec une vitesse constante qui est la plus grande vitesse atteinte au cours de l'évolution de séchage des gouttelettes. La saturation de surface est toujours maintenue grâce au transfert d'humidité à partir de l'intérieur des gouttelettes vers la surface.

- **Dans la phase CD:** le point C est le point critique où l'humidité au sein de la particule n'est pas suffisante pour maintenir la saturation de surface. La vitesse de séchage commence à décroître, et la période à vitesse décroissante est lancée.

- **Dans la phase DE:** l'évaporation continue avec une vitesse décroissante jusqu'à ce que la particule obtienne une teneur en eau en équilibre avec l'air entourant. L'approche de la teneur en eau d'équilibre E est très lente. Dans le séchage par atomisation, le produit est généralement retiré du sécheur avant que la teneur en eau d'équilibre est atteinte. La température des particules augmente tout au long des deux phases de la période à vitesse décroissante.

En réalité, les courbes de séchage n'ont pas de points nettement définis. Quelques zones de séchage peuvent même ne pas avoir lieu.

I-1.7.C. Évaporation des gouttelettes

I-1.7.C.1. Évaporation des gouttelettes de liquide pur

Les conclusions tirées des études sur l'évaporation des gouttelettes de liquide pur forment les bases pour comprendre les mécanismes d'évaporation dans le séchage par atomisation. Le cas idéal d'évaporation des gouttelettes individuelles de liquide pur peut être modifié pour faire face aux déviations dans les bases théoriques nécessaires pour tenir compte de la présence des solides dissous ou insolubles. Le niveau d'élimination de l'humidité à partir d'une gouttelette dans la chambre de séchage dépend du mécanisme de régulation de la vitesse d'évaporation et du temps de séjour des gouttelettes dans la chambre de séchage. Le temps de séjour des gouttelettes résulte du mouvement des sprays et de l'air mis en place dans la chambre de séchage. La majorité des gouttelettes qui se déplacent dans la chambre de séchage est complètement influencée par le flux d'air ; et la vitesse relative entre la gouttelette et l'air est très faible.

La théorie de la couche limite base sur l'hypothèse que le transfert de masse se déroule dans une couche limite près de la surface où le fluide est en écoulement laminaire. L'analogie dans le transfert de chaleur et de masse pour les considérations de la couche limite permet d'utiliser des corrélations du transfert de chaleur pour le transfert de masse (McCabe et al., 2005). La théorie de la couche limite déclare que la vitesse d'évaporation d'une gouttelette se déplaçant avec la vitesse relative nulle est identique à l'évaporation dans les conditions de l'air immobile (Masters, 1991). C'est pourquoi, le mécanisme d'évaporation dans l'air immobile, basé sur la théorie de couche limite, peut être légitimement appliqué aux conditions du séchage par atomisation. Dans les calculs du transfert de chaleur et de masse, les conditions d'écoulement plus les propriétés des gouttelettes sont représentées par la combinaison des nombres sans dimension suivantes:

<i>Nombre</i>	<i>Signification</i>	<i>Dérivation</i>
<i>Reynolds (Re)</i>	$\frac{\text{Force d'inertie}}{\text{Force visqueuse}}$	$\frac{D \cdot V \cdot \rho_a}{\mu_a}$
<i>Prandlt (Pr)</i>	$\frac{\text{Diffusivité cinématique}}{\text{Diffusivité thermique}}$	$\frac{C_p \cdot \mu_a}{K_d}$
<i>Schmidt (Sc)</i>	$\frac{\text{Viscosité cinétique}}{\text{Diffusivité moléculaire}}$	$\frac{\mu_a}{D_v \cdot \rho_a}$
<i>Nusselt (Nu)</i>	$\frac{\text{Transfert thermique total}}{\text{Transfert thermique par conduction}}$	$\frac{h_c \cdot D}{K_d}$
<i>Sherwood (Sh)</i>	$\frac{\text{Diffusivité de masse}}{\text{Diffusivité moléculaire}}$	$\frac{D \cdot K_g}{D_v}$

1.1.7.C.1.a. Évaporation des gouttelettes individuelles

1.1.7.C.1.a.1. Évaporation dans les conditions de la vitesse relative négligeable

Le transfert de chaleur et de masse d'une gouttelette sphérique dans l'air immobile peut être exprimée par $Nu = 2,0$ et $Sh = 2,0$ (Masters, 1991). C'est pourquoi:

- La vitesse d'évaporation en termes de transfert de masse peut être exprimée:

$$\frac{dW}{d\tau} = 2\pi D \cdot D_v \cdot (P_{wB} - P_w) \quad (1.20)$$

- La vitesse d'évaporation en termes de transfert de chaleur peut être exprimée:

$$\frac{dW}{d\tau} = \frac{2\pi D \cdot K_d}{\lambda} \cdot (T_a - T_s) \quad (1.21)$$

Où :

D_v - Diffusivité.

K_d - Conductivité thermique moyenne de l'air entourant.

λ - Chaleur latente de vaporisation.

P_{wB} - Pression de vapeur d'eau à une température de la surface saturée.

P_w - Pression partielle de la vapeur d'eau dans l'air entourant.

T_a - Température de l'air.

T_s - Température de surface des gouttelettes.

Le temps d'évaporation peut être déduit à partir d'un bilan thermique sur une gouttelette:

$$\frac{dQ}{d\tau} = -\lambda \cdot \frac{dW}{d\tau} = h_c \cdot A \cdot \Delta T \quad (1.22)$$

Avec $A = \pi D^2$ et $W = \pi D^3 \rho_l / 6$, l'équation (1.22) peut être réécrite :

$$d\tau = -\frac{\lambda \cdot \rho_l}{2 \cdot h_c \cdot \Delta T} \cdot d(D) \quad (1.23)$$

Le terme $(\lambda \cdot \rho_l / 2 \Delta T)$ reste constant pendant la majorité du temps de séjour des gouttelettes dans la chambre de séchage, donc:

$$\tau = \frac{\lambda \cdot \rho_l}{2 \cdot \Delta T} \int_{D_1}^{D_0} \frac{d(D)}{h_c} \quad (1.24)$$

Quand la vitesse relative des gouttelettes est négligeable, le coefficient de transfert de chaleur $h_c = 2K_d/D$, l'équation (1.24) peut être simplifiée :

$$\tau = \frac{\lambda \cdot \rho_l}{4 \cdot K_d \cdot \Delta T} \int_{D_1}^{D_0} D \cdot d(D) = \frac{\lambda \cdot \rho_l}{8 \cdot K_d \cdot \Delta T} (D_0^2 - D_1^2) \quad (1.25)$$

Avec D_0 est le diamètre initial des gouttelettes, et la différence de température moyenne ΔT est calculée:

$$\Delta T = \frac{\Delta T_o - \Delta T_1}{\ln\left(\frac{\Delta T_o}{\Delta T_1}\right)}; \text{Quand } \frac{\Delta T_o}{\Delta T_1} < 2 \Rightarrow \Delta T = \frac{\Delta T_o + \Delta T_1}{2} \quad (1.26)$$

ΔT_o et ΔT_1 sont les différences de température entre la surface des gouttelettes et l'air entourant au début et à la fin de la période d'évaporation.

A partir des équations ci-dessus, les conclusions peut être tirées pour l'évaporation des gouttelettes de liquide pur :

- + La vitesse d'évaporation est proportionnelle au diamètre, et non la surface.
- + La vitesse d'évaporation absolue de grosses particules sont plus élevées que celle de petites particules.
- + L'évaporation est proportionnelle au carré du diamètre initial.

1.1.7.C.1.a.2. Évaporation dans les conditions de la vitesse relative

La vitesse d'évaporation augmente avec l'augmentation de vitesse relative entre la gouttelette et l'air, grâce à l'évaporation supplémentaire causée par la convection dans la couche limite autour de la gouttelette. Le coefficient de transfert total pour une gouttelette sphérique peut être exprimé par les nombres sans dimension (Masters, 1991) :

- Pour le transfert de masse : $Sh = 2 + K_1 \cdot Re^x \cdot Sc^y$

- Pour le transfert de chaleur : $Nu = 2 + K_2 \cdot Re^{x'} \cdot Pr^{y'}$

Il y avait beaucoup d'études sur les valeurs de puissance x , y , x' , y' , et les constantes K_1 , K_2 . La forme la plus largement utilisée est les équations de Ranz-Marshall (Ranz and Marshall, 1952):

$$\left(\frac{h_c \cdot D}{K_d}\right) = 2,0 + 0,6 \left(\frac{C_p \cdot \mu_a}{K_d}\right)^{0,33} \cdot \left(\frac{D \cdot V \cdot \rho_a}{\mu_a}\right)^{0,5} \quad (1.27)$$

$$\left(\frac{K_g \cdot D}{D_v}\right) = 2,0 + 0,6 \left(\frac{\mu_a}{\rho_a \cdot D_v}\right)^{0,33} \cdot \left(\frac{D \cdot V \cdot \rho_a}{\mu_a}\right)^{0,5} \quad (1.28)$$

Cettes équations sont appliquées avec quelques limitations suivantes:

- Nombre de Reynold : $Re = 2 - 200$
- Appliquer le coefficient de traînée dans l'état stable.
- Quantité de chaleur transférée à l'humidité évaporée est négligée.
- Structure intérieure des gouttelettes est stable.
- Gouttelettes sont stables dans le flux d'air.

Le temps d'évaporation des gouttelettes de liquide pur dans les conditions de la vitesse relative peut être calculé à partir des équations de Ranz-Marshall (Ranz and Marshall, 1952) ou de Ingebo (Ingebo, 1951) :

+ Quand les équations de Ranz-Marshall sont utilisées, avec $Re = 0,2 - 500$:

$$\tau = \frac{\lambda \cdot \rho_l \cdot D_0^2}{8 \cdot K_d \cdot \Delta T} \cdot \left[1 - \frac{2\beta}{D_0} \int_{D_{100}}^{D_0} \frac{D^{2,07} d(D)}{1 + \beta \cdot D^{1,07}} \right] \quad (1.29)$$

$$\text{Avec : } \beta = 0,3 \cdot \left[0,153 \cdot \left(\frac{g \cdot \rho_a (\rho_l - \rho_a)}{\mu_a^2} \right)^{0,71} \right]^{0,5} \left[\frac{C_p \cdot \mu_a}{K_d} \right]^{0,33} \quad (1.30)$$

+ Quand les équations de Ingebo sont utilisées, avec $Nu > 10$ et la vitesse relative constante:

$$\tau = \frac{\rho_l \cdot \lambda}{4 \cdot K_d \cdot \Delta T} \cdot \frac{D_0^{1,4}}{0,213 \cdot \left[\frac{V_{rel} \cdot \rho_a \cdot g \cdot R \cdot T_{av}}{\rho_l \cdot m_M \cdot D_v} \right]^{0,6}} \cdot \frac{1}{\left[\frac{K_{d-air}}{K_{d-vapeur}} \right]^{0,5}} \quad (1.31)$$

Où :

m_M - Poids moléculaire moyen de la vapeur et de l'air.

D_v – Diffusivité de la vapeur.

R - Constante universelle des gaz.

+ Pour les gouttelettes qui tombent aux vitesses terminales dans la région de Stokes (avec $Re < 0,2$):

$$\tau = \frac{\lambda \cdot \rho_l}{8 K_d \cdot \Delta T} \left[(D_0^2 - D_1^2) - 2 \cdot \beta' \int_{D_{100}}^{D_0} \frac{D^{2,5} d(D)}{1 + \beta' \cdot D^{1,5}} \right] \quad (1.32)$$

$$\text{Avec : } \beta' = 0,276 \cdot \left[\frac{g \cdot (\rho_l - \rho_a) \cdot \rho_a}{18 \cdot \mu_a^2} \right]^{0,5} \left[\frac{C_p \cdot \mu_a}{K_d} \right]^{0,33} \quad (1.33)$$

$\beta' = 80 \rightarrow 200$ sur la gamme de température de 0°C à 282°C .

Toutes les équations ci-dessus qui expriment le temps d'évaporation des gouttelettes sont basées sur deux suppositions importantes:

- Surfaces de transfert de chaleur et de masse sont égales pour chaque gouttelette.
- Toute la quantité de chaleur transférée à une gouttelette est consommée sous forme de chaleur latente de vaporisation.

1.1.7.C.1.b. Évaporation des sprays de gouttelettes de liquide pur.

Les caractéristiques d'évaporation des gouttelettes dans un spray diffèrent des caractéristiques d'évaporation des gouttelettes individuelles. Toutes les analyses de l'évaporation des sprays dépendent de la détermination d'un spray sur le plan du diamètre moyen représentatif et la distribution granulométrique, de la vitesse relative entre la gouttelette et l'air entourant, de la trajectoire des gouttelettes, et du nombre de gouttelettes présentes à un moment donné par un volume donné de l'air de séchage. De plus, il est très difficile de déterminer ces facteurs dans les alentours de la buse d'atomisation; et les données de l'évaporation des sprays sont limitées.

Pour les sprays se déplaçant à une faible vitesse dans le flux d'air de faible vitesse (flux à contre-courant) ou à une faible vitesse relative avec l'air à une vitesse élevée (flux à co-courant), les points suivants peuvent être réalisés:

- + L'évaporation des sprays cause de la réduction de température de l'air et la vitesse d'évaporation décroît.
- + Les sprays avec une large distribution granulométrique s'évaporent initialement plus rapidement que les sprays plus homogènes. L'augmentation d'évaporation est due au fait que les gouttes plus petites s'évaporent plus rapidement que les gouttes plus larges.
- + Aucun diamètre moyen ne peut représenter correctement les gouttelettes au cours de l'évaporation d'un spray.
- + La distribution de taille donne la meilleure représentation des gouttelettes au cours de l'évaporation d'un spray.
- + La distribution de taille des gouttelettes dans un spray change pendant l'évaporation.

- + Pour les sprays homogènes, le diamètre des gouttelettes diminue au cours de l'évaporation.
- + Pour les sprays non-homogènes, le diamètre moyen des gouttelettes montre une augmentation initiale avant de réduire jusqu'au achèvement de l'évaporation.

L'évaporation des sprays de gouttelettes se déplaçant à une vitesse relative marquée montre des points supplémentaires:

- + Les gouttelettes se déplacent d'une plus grande distance avant une fraction donnée est évaporée.
- + L'impact de la vitesse relative entre la gouttelette et l'air sur la vitesse d'évaporation est plus important quand la vitesse de libération de l'atomiseur et la température de séchage sont plus élevées.
- + Pour les gouttelettes quittant de la buse d'atomisation à une grande vitesse, l'erreur relative à cause de la négligence de la vitesse des gouttelettes est la plus grande pour les gouttes les plus petites dans la distribution de taille. Les fines gouttes s'évaporent presque instantanément, et la plupart de l'évaporation est achevée dans la période de décélération des gouttelettes.

Afin d'étudier l'évolution d'évaporation des sprays, plusieurs recherches ont été réalisées. Une méthode pratique a été proposée par Marshall (1955). Marshall a utilisé la méthode d'incrément. La distribution de taille est divisée en petits groupes de taille, chaque groupe est considéré individuellement au cours de l'évaporation. Manning et Gauvin (1960) ont déterminé le taux de transfert de chaleur et de masse pour les sprays de l'eau dans les flux à co-courant et contre-courant. Dickinson et Marshall (1968) ont élaboré un programme d'ordinateur pour calculer l'évaporation des sprays de l'eau dans tous les deux cas: la vitesse relative négligeable et significative.

I-1.7.C.2. Évaporation des gouttelettes contenant des solides dissous

Les gouttelettes contenant des solides dissous s'évaporent plus rapidement que les gouttelettes de liquide pur ayant la même taille. La présence des solides dissous cause de la diminution de pression de vapeur et la force motrice nécessaire du transfert de masse. La formation d'une couche solide sur la surface des gouttelettes au cours de l'évaporation est une caractéristique de ce processus de séchage. Donc, elle diffère complètement de l'évaporation des gouttelettes de liquide pur.

1.1.7.C.2.a. Évaporation des gouttelettes individuelles

1.1.7.C.2.a.1. Impact de la diminution de pression de vapeur

Avec la diminution de pression de vapeur du liquide contenant des solides dissous, la température des gouttelettes augmente au dessus de la température humide (au cours de l'évaporation des gouttelettes de liquide pur). Si la présence des solides dissous a une influence négligeable sur la pression de vapeur (dans le cas des sels atomisés), il y a peu de différence entre les pressions de vapeur du liquide pur et de la solution. La température de surface des gouttelettes peut être considérée comme la température de saturation adiabatique dans le cas de l'eau étant le solvant, ou la température humide normale si d'autres solvants liquides sont évaporés.

1.1.7.C.2.a.2. Impact de la formation du solide séché

La formation du solide séché au cours de l'évaporation modifie considérablement l'évolution d'évaporation ultérieure. Les gouttelettes des solutions lors de la première mise en contact avec l'air de séchage commencent l'évaporation à une vitesse presque constante (la première période de séchage). Ranz et Marshall (1952) ont montré que la température de surface des gouttelettes dans cette période peut être assimilée à celle d'une solution saturée, bien que la concentration de surface des gouttelettes peut être inférieure à la saturation.

La vitesse moyenne d'évaporation dans la première période de séchage peut être exprimée:

$$\frac{dW}{d\tau} = \frac{2 \cdot \pi \cdot K_d \cdot D_{av} \cdot \Delta T}{\lambda} \quad (1.34)$$

Avec D_{av} – Diamètre moyen des gouttelettes.

La première période de séchage va terminer quand la teneur en eau des particules atteint une valeur critique, et elle est caractérisée par la présence initiale du solide séché sur la surface des particules. Ensuite, la période de séchage à vitesse décroissante aura lieu. La vitesse moyenne d'évaporation dans cette période est calculée par la formule suivante:

$$\frac{dW'}{d\tau} = \frac{-12.K_d.\Delta T}{\lambda.D_c.\rho_s} \quad (1.35)$$

Avec :

D_c – Diamètre des gouttelettes au point critique.

ρ_s – Densité du solide.

La phase solide devient de plus en plus extensive. Cela entraîne l'augmentation de résistance du transfert de masse et le mouvement de l'humidité à partir de l'intérieur des particules vers la surface devient de moins en moins. Le taux de transfert de chaleur excède le taux de transfert de masse. Les particules commencent à chauffer. L'évaporation aura lieu si la quantité de chaleur transférée est suffisamment élevée pour évaporer du liquide à l'intérieur des particules. Dans l'opération de séchage par atomisation où la température de l'air de séchage est supérieure au point d'ébullition des gouttelettes de solution, le liquide à l'intérieur des gouttelettes atteint son point d'ébullition et la vapeur est formée. La formation de la phase solide va créer une croûte autour de chaque particule, et la pression peut être mise en place au sein de la particule. L'impact de cette pression dépend de la nature de la croûte. La vapeur sera libérée si la croûte est poreuse. Mais, si elle n'est pas poreuse, les particules peuvent être rompues et voire désagrégées. Le temps de séjour des particules dans la plus chaude région de séchage est très court. Si la température des particules n'atteint pas de point d'ébullition, le mouvement de l'humidité à l'intérieur de la particule sera réalisé par le mécanisme diffusionnel et capillaire. Chaque matériau présente des différentes caractéristiques de séchage dans la période à vitesse décroissante. Si les gouttelettes forment un film de produit séché à son humidité critique et ce film est très imperméable à la vapeur, la vitesse de séchage va diminuer clairement et la durée d'évaporation sera prolongée considérablement. D'autre part, si une surface très poreuse est formée au début, la vapeur va continuer à migrer facilement vers l'interface gouttelette-air et la vitesse de séchage va diminuer progressivement.

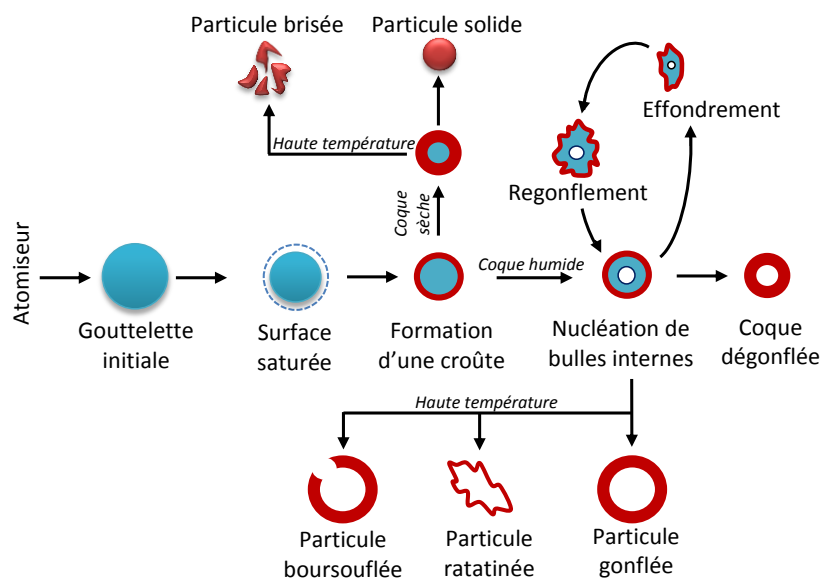


Figure I.17. Quelques différentes morphologies des particules sèches qui peuvent se produire lors du séchage des gouttelettes contenant des solides dissous.

Le temps de séchage des gouttelettes est égal à la somme des temps d'évaporation dans les périodes à vitesse constante et à vitesse décroissante. Il est calculé par les équations (1.34) et (1.35). Afin d'utiliser ces équations, il faut déterminer le diamètre initial des gouttelettes (D_0) et le diamètre (D_c) à l'humidité critique des gouttelettes. Il y a quatre méthodes pour déterminer le facteur de changement de forme, et le diamètre D_c sera défini (Masters, 1991):

- + Déterminer expérimentalement la diminution de diamètre des gouttelettes en observant l'évaporation des gouttelettes jusqu'à ce que l'humidité critique soit atteinte.
- + Déterminer les caractéristiques de taille d'un spray humide (un paramètre de taille moyenne) et comparer avec la taille moyenne obtenue à partir d'un échantillon de poudre séchée.
- + Estimer une valeur, environ 60-80% du diamètre initial.
- + Utiliser la détermination de la teneur en eau pour calculer le ratio entre le diamètre des gouttelettes et les particules séchées.

1.1.7.C.2.b. Évaporation des sprays contenant des solides dissous

Les études théoriques sur le transfert de chaleur et de masse des gouttelettes individuelles peuvent appliquer aux sprays des gouttelettes. Le degré de la diminution de pression de vapeur à cause de la présence des solides dissous varie selon les tailles des gouttelettes. La résistance du transfert de masse varie aussi, parce que la phase solide n'apparaît pas simultanément dans toute la distribution de taille des gouttelettes. Les méthodes d'analyse de l'évaporation des sprays sont très complexes et les investigations dans ce domaine sont encore limitées.

I-1.7.C.3. Évaporation des gouttelettes contenant des solides insolubles

L'effet de la diminution de pression de vapeur dans la gouttelette contenant des solides insolubles est négligeable. La température des gouttelettes dans la première période de séchage peut être égale à la température humide des gouttelettes de liquide pur lors de l'évaporation.

Le temps total de séchage peut être évalué en résolvant séparément les deux périodes de séchage.

+ **Période à vitesse constante:** le temps de séchage est plus court que celui de la période à vitesse décroissante, et il est calculé par l'équation de Ranz-Marshall (Ranz and Marshall, 1952):

$$\tau_1 = \frac{\lambda \cdot \rho_l \cdot (D_0^2 - D_c^2)}{8 \cdot K_d \cdot \Delta T_1} \quad (1.36)$$

+ **Période à vitesse décroissante:** le temps de séchage dépend de la nature de la phase solide et il est déterminé par l'équation de Ranz-Marshall:

$$\tau_2 = \frac{\lambda \cdot D_c \cdot \rho_s \cdot (w_c - w_2)}{6 \cdot h_c \cdot \Delta T_2} = \frac{\lambda \cdot D_c^2 \cdot \rho_s \cdot (w_c - w_2)}{12 \cdot K_d \cdot \Delta T_2} \quad (1.37)$$

C'est pourquoi, le temps total de séchage des deux périodes:

$$\tau = \tau_1 + \tau_2 = \frac{\lambda \cdot \rho_l \cdot (D_0^2 - D_c^2)}{8 \cdot K_d \cdot \Delta T_1} + \frac{\lambda \cdot D_c^2 \cdot \rho_s \cdot (w_c - w_2)}{12 \cdot K_d \cdot \Delta T_2} \quad (1.38)$$

Avec: w_2 - Teneur en eau finale des particules séchées.

w_c - Teneur en eau critique des gouttelettes.

En appliquant l'équation (1.38), la conductivité thermique est calculée à la température moyenne du film d'air autour de la gouttelette. Cette température peut être considérée comme la température moyenne entre la température de sortie de l'air séchage et la température de surface des gouttelettes. La force motrice (ΔT) est considérée comme la différence de température moyenne logarithmique entre la température de l'air séchage et la température des gouttelettes.

I-1.7.D. Bilans de chaleur et de masse, efficacité thermique

L'efficacité thermique est une expression de la performance de séchage par atomisation. Elle est liée à la chaleur nécessaire pour produire une unité de poids du produit sec avec la spécification souhaitée. La conception de l'atomiseur est toujours dirigée vers l'acquisition des propriétés désirées du produit final avec l'efficacité thermique la plus élevée possible. L'efficacité thermique de l'atomiseur dépend de la température opératoire et elle est définie comme le rapport suivant:

$$\frac{\text{Quantité de chaleur pour l'évaporation}}{\text{Quantité de chaleur entrant}}$$

En général, la récupération de la chaleur restant dans l'air d'évacuation est inaccessible. L'efficacité thermique va augmenter si la température de l'air entrant augmente et la température de l'air sortant est la plus basse température que le processus de séchage permet.

I-1.7.D.1. Bilans de chaleur et de masse dans l'atomiseur

Les données utilisées pour évaluer l'efficacité thermique de l'atomiseur peuvent être trouvées à partir des bilans de chaleur et de masse. Les bilans de chaleur et de masse sont établis sur la base de la figure I.18.

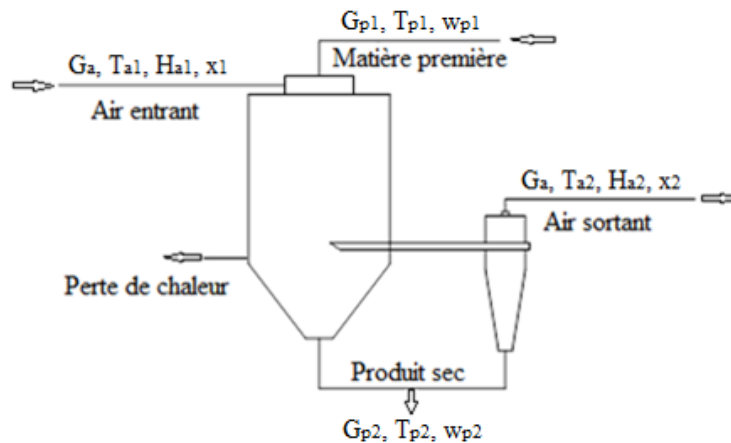


Figure I.18. Données pour les bilans de chaleur et de masse

Pour calculer les enthalpies de l'air et du produit, le point de congélation de l'eau est utilisé en tant que température de référence.

Supposons qu'une solution à la température T_{p1} entre dans l'atomiseur avec un débit G_{p1} (unité de masse par heure) et la teneur en eau w_{p1} (base humide). Le produit sec sort de l'atomiseur à la température T_{p2} et la teneur en eau w_{p2} (base humide) avec un débit G_{p2} . L'air de séchage à la température T_{a1} est fourni à l'atomiseur avec un débit G_a (unité de masse de l'air sec par heure) et l'humidité absolue x_1 . Ensuite, l'air avec l'humidité absolue x_2 est évacué de l'atomiseur à la température T_{a2} .

* Bilan de masse

Pour les processus sans interruption et l'accumulation du produit dans la chambre de séchage est négligeable: la teneur en humidité dans l'air entrant et la matière première par unité de temps est égale à la teneur en humidité dans l'air sortant et le produit sec.

$$\Sigma (\text{Humidité entre dans l'atomiseur}) = \Sigma (\text{Humidité sort de l'atomiseur})$$

$$G_{p1} \cdot w_{p1} + G_a \cdot x_1 = G_{p2} \cdot w_{p2} + G_a \cdot x_2 \quad (1.39)$$

* Bilan de chaleur

La quantité de chaleur entrant par l'air et la matière première est égale à la quantité de chaleur

sortant par l'air sortant et le produit sec plus la perte de chaleur à partir de la chambre de séchage.

Σ (Chaleur entrant) = Σ (Chaleur sortant) + Perte de chaleur

$$G_a.H_{a1} + G_{p1}.C_{p1}.T_{p1} = G_a.H_{a2} + G_{p2}.C_{p2}.T_{p2} + Q_p \quad (1.40)$$

+ Capacités thermiques de la matière première et du produit sec peuvent être calculées par les équations suivantes (Mujumdar, 2006):

$$C_{p1} = C_s.(1-w_{p1}) + C_w.w_{p1} \quad (1.41)$$

$$C_{p2} = C_s.(1-w_{p2}) + C_w.w_{p2} \quad (1.42)$$

Avec: C_s – Capacité thermique massique du solide sec.

C_w – Capacité thermique massique de l'humidité (sous forme liquide).

+ Enthalpies de l'air entrant et sortant (kJ/kg) sont déterminées selon les équations suivantes (Blanquart and Crétinon, 2007):

$$H_{a1} = 1,006.T_{a1} + x_1.(2501 + 1,840.T_{a1}) \quad (1.43)$$

$$H_{a2} = 1,006.T_{a2} + x_2.(2501 + 1,840.T_{a2}) \quad (1.44)$$

La perte de chaleur à partir de l'enveloppe de l'atomiseur est calculée par l'équation de transfert de chaleur standard: $Q_p = h_c.A.\Delta T$. Pour les chambres de séchage bien isolées, la perte de chaleur Q_p est négligeable. Mais, pour les chambres non-isolées ou les chambres conçues par l'enveloppe avec l'air de refroidissement, la perte de chaleur devient significative dans l'équation (1.40).

I-1.7.D.2. Efficacité thermique de l'atomiseur

Dans l'opération d'atomisation, l'air entre dans la chambre de séchage à la température T_{a1} après avoir chauffé à partir de la température atmosphérique T_0 . La température de l'air décroît au cours du processus de séchage et l'air sort de la chambre de séchage à la température T_{a2} . L'efficacité thermique peut être exprimée comme suit:

- *L'efficacité thermique maximale (cas idéal)*: Si la chambre de séchage est bien isolée; la perte de chaleur est négligeable; la température de l'air décroît selon la ligne de refroidissement adiabatique et l'air est évacué à l'état saturé.

$$\eta_{max} = \left[\frac{T_{a1} - T_{sat}}{T_{a1} - T_o} \right] (\%) \quad (1.45)$$

- *L'efficacité thermique globale*: est définie comme le rapport de la quantité de chaleur utilisée dans l'évaporation à la quantité de chaleur totale fournie au séchoir.

$$\eta = \left[\frac{T_{a1} - T_{a2}}{T_{a1} - T_o} \right] (\%) \quad (1.46)$$

- *L'efficacité évaporatoire*: est définie comme le rapport de la quantité de chaleur utilisée dans l'évaporation réelle à la quantité de chaleur dans le cas idéal où l'air est évacué à l'état saturé.

$$\eta_{evap} = \left[\frac{T_{a1} - T_{a2}}{T_{a1} - T_{sat}} \right] (\%) \quad (1.47)$$

Bien qu'une haute efficacité thermique puisse être obtenue quand la température d'entrée de l'air augmente. Toutefois, l'augmentation de température d'entrée peut causer la dégradation du produit

final et les dépôts graves à l'intérieur de la chambre de séchage. En plus, cela dépend aussi de la capacité de réponse du réchauffeur d'air sur le plan technique et économique.

I-1.8. ENCAPSULATION PAR ATOMISATION

I-1.8.A. Définition et classification de l'encapsulation

L'encapsulation peut être définie comme le processus entourant ou enveloppant une substance dans une autre substance sur une très petite échelle. Les capsules peuvent être de forme sphérique, avec une paroi continue entourant le noyau, tandis que d'autres sont pas symétriques et de forme variable, avec une quantité de gouttes plus petites de matériau de noyau intégrées dans toute la microcapsule.

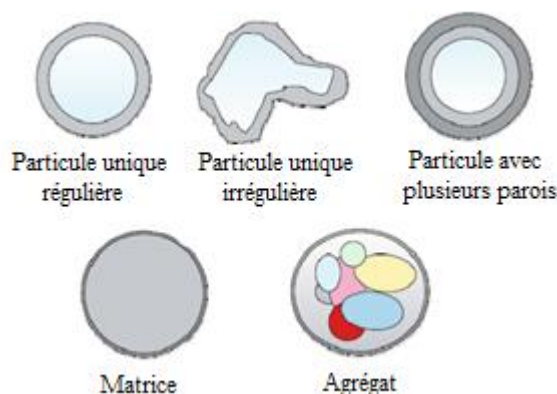


Figure I.19. Diverses formes de capsules (Gibbs et al., 1999)

L'encapsulation peut être réalisée par de nombreuses techniques, avec plusieurs différents objectifs. Les processus d'encapsulation sont généralement classifiés en deux groupes: les procédés chimiques (coacervation, polymérisation interfaciale, polymérisation in situ...) et les procédés mécaniques ou physiques (séchage par atomisation, enrobage sur lit fluidisé, spray chilling, co-extrusion...). Les substances peuvent être encapsulées dans le but que le matériau de noyau est confiné à l'intérieur des parois de capsule pendant une durée spécifique. Les matériaux de noyau peuvent être encapsulés de telle sorte que le matériau de noyau sera libéré progressivement à travers les parois de capsule (connu sous le nom de libération contrôlée ou de diffusion), ou lorsque les conditions extérieures déclenchent la rupture, la fusion ou la dissolution des parois de capsule.

La substance qui est encapsulée peut appeler le matériau de noyau, l'ingrédient ou l'agent actif, la charge utile ou la phase interne. Le matériau encapsulant le noyau est considéré comme le revêtement, la membrane, la coque ou le matériau de paroi. Les capsules peuvent avoir une paroi ou des coquilles multiples disposées en couches de différentes épaisseurs autour du noyau.

- **Les types de capsule par leur taille** (King, 1995):

Les particules encapsulées sont appelées les microcapsules quand la gamme de taille est comprise entre 0,2 et 5000 μm , les macrocapsules lorsque la taille est plus de 5000 μm et les nanocapsules quand la taille est inférieure à 0,2 μm (200 nm).

- **Les types d'ingrédients encapsulés** (Gibbs et al., 1999):

Les divers ingrédients alimentaires qui peuvent être encapsulés comme les aromatisants, acides, tampons, agents de conservation, colorants, lipides, agents de réticulation et de durcissement, agents de blanchiment et de maturation, agents ayant une saveur et une odeur indésirable, enzymes et micro-organismes, huiles essentielles, acides aminés, vitamines, minéraux, édulcorants artificiels et agents levants.

- **Le matériau de paroi:**

Le choix d'un matériau de paroi est très important pour l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules. Les critères de sélection d'un matériau de paroi sont principalement basés sur les propriétés physico-chimiques comme la solubilité, poids moléculaire, transition vitreuse, cristallinité, diffusibilité, propriétés émulsifiantes et filmogènes. De plus, les coûts doivent également être considérés. Ainsi, le choix judicieux de matériau d'encapsulation selon l'application désirée est une tâche importante. Le système de paroi est conçu pour protéger le matériau de noyau contre les facteurs qui peuvent entraîner sa détérioration, éviter une interaction prématurée entre le matériau de noyau et les autres ingrédients, limiter les pertes par volatilisation, et aussi pour permettre la libération contrôlée ou prolongée dans des conditions désirées (Shahidi and Han, 1993). En fonction du matériau de noyau et des caractéristiques désirées du produit final, les matériaux de paroi peuvent être choisis parmi une grande variété des polymères naturels et synthétiques. Par exemple, dans industrie alimentaire, on peut utiliser les matériaux de paroi tels que les hydrates de carbone (maltodextrins, amidon, sucrose, sirop de maïs), gommés (agar, gomme arabique, alginate de sodium), lipides, matériaux inorganiques, celluloses, protéines, élastomères synthétiques, polymères synthétiques.

I-1.8.B. Applications

L'encapsulation est un sujet d'intérêt dans une large gamme de domaines scientifiques et industriels, variant de la pharmacie à l'agriculture et des pesticides aux enzymes. La technologie d'encapsulation a été utilisée dans l'industrie alimentaire depuis plus de 60 ans comme un moyen de fournir aux ingrédients liquides et solides une barrière efficace pour les interactions chimiques et/ou environnementales jusqu'à ce que la libération soit souhaitée (Reineccius, 1994). Les applications sont quasiment illimitées pour le matériau encapsulé. Les matériaux encapsulés sont utilisés dans l'agriculture, les produits pharmaceutiques, les aliments, les cosmétiques et les parfums, les textiles, le papier, les peintures, les revêtements et les adhésifs, les applications d'impression et de nombreuses autres industries.

Les ingrédients alimentaires sont encapsulés pour plusieurs raisons. La plupart des arômes sont volatiles. Donc l'encapsulation de ces composants s'étend la durée de conservation des produits en maintenant les arômes à l'intérieur de l'aliment qui peuvent autrement s'évaporer et être perdus. Certains ingrédients sont encapsulés pour masquer le goût, tels que les éléments nutritifs ajoutés en vue d'enrichir un produit sans compromettre le goût prévu du produit. Dans d'autre cas, les arômes sont parfois encapsulés pour durer plus longtemps comme la gomme à mâcher. Certains arômes doivent également être protégés contre l'oxydation ou d'autres réactions causées par l'exposition à la lumière.

De nombreuses variétés des formulations pharmaceutiques orales et injectées sont micro-encapsulées pour libérer pendant une durée plus longue ou à certains endroits dans le corps. L'aspirine, par exemple, peut causer des ulcères et des saignements gastroduodénaux si les doses sont introduites en une seule fois. Par conséquent, les comprimés d'aspirine sont souvent produits par la compression des quantités de microcapsules qui libèrent graduellement l'aspirine à travers leurs coquilles.

I-1.8.C. Technique d'encapsulation par atomisation

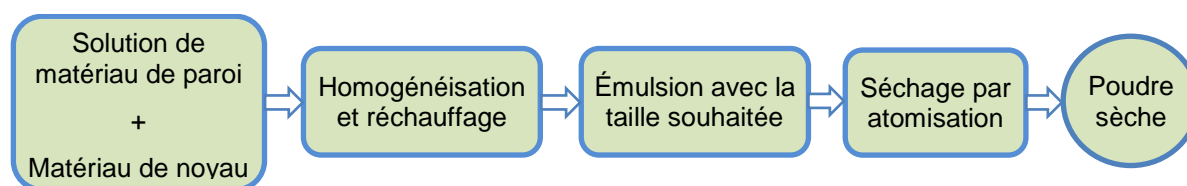


Figure I.20. Protocole de l'encapsulation par atomisation

Traditionnellement, la méthode la plus courante d'encapsulation des ingrédients alimentaires a été le séchage par atomisation. Le séchage par atomisation est une méthode d'encapsulation mécanique développée dans les années 1930 (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Une émulsion est préparée en dispersant une matière de noyau, généralement une huile ou un ingrédient actif non-miscible avec l'eau, dans une solution concentrée d'un matériau de paroi jusqu'à ce que la taille souhaitée des gouttelettes d'huile soit obtenue. La dispersion doit être chauffée et homogénéisée, avec ou sans l'addition d'un émulsifiant en fonction des propriétés émulsifiantes des matériaux de paroi, car certaines d'entre elles ont elles-mêmes des activités interfaciales. Dans le processus de séchage par pulvérisation, le diamètre des gouttelettes d'émulsion initiales est souvent compris entre 1-10 μm (Lakkis, 2007). Avant l'étape de séchage par atomisation, l'émulsion formée doit être stable pendant une certaine période de temps (Liu et al., 2001). Les gouttelettes d'huile doivent être assez petites et la viscosité doit être suffisamment faible pour éviter l'inclusion d'air dans la particule (Drusch, 2007). Un rapport typique du matériau de paroi au matériau de noyau (paroi/noyau) est de 4:1, cependant, les charges d'arôme plus élevées peuvent être utilisées dans certaines applications (Risch, 1995). L'émulsion obtenue est pulvérisée en un spray des gouttelettes par un disque rotatif ou une buse d'atomisation qui introduira des gouttelettes dans la chambre de séchage. La partie aqueuse de l'émulsion est évaporée, et cela donne des capsules sèches de forme variable, contenant des gouttelettes dispersées du matériau de noyau. Les capsules sont recueillies à travers la décharge continue à partir de la chambre de séchage par pulvérisation.

Le principal avantage de cette méthode est sa capacité d'appliquer des matériaux thermosensibles en raison de la durée d'exposition thermique très courte (quelques secondes au plus). En dépit de la température élevée de l'air dans la chambre de séchage, l'évaporation rapide de l'eau à partir du matériau de paroi maintient la température du noyau inférieure à 100 °C (Reineccius, 1994). Les particules atomisées ont généralement une taille très petite (<100 μm), qui les rend très soluble et dispersible dans l'eau. Elles peuvent être facilement agglomérées par une étape séparée pour améliorer la fluidité et diminuer la tendance de ségrégation. En plus, l'opération est économique. Dans les sècheurs modernes, la viscosité de la solution pulvérisée peut être aussi élevée que 300 mPa.s, cela implique que moins d'eau doit être retirée à partir de ces solutions concentrées (Graves and Weiss, 1992). Cette méthode fournit généralement une bonne protection au matériau de noyau et il y a une grande variété de matériaux de paroi disponibles.

Il y a quelques limitations pour l'utilisation du procédé d'encapsulation par atomisation. La chaleur peut chasser les composants volatils qui constituent l'essence de l'arôme et également endommager la coque en provoquant des micro-fissures qui peuvent conduire à la décomposition de la capsule, à la faible rétention d'arôme, et l'altération indésirable. Le coût peut être élevé si un matériau de paroi coûteux est utilisé (Greenblatt et al., 1993).

I-1.8.C.1. Conditions opératoires

Afin d'obtenir une bonne efficacité de microencapsulation et même si le matériau de paroi est approprié, les conditions optimales du séchage par pulvérisation doivent être utilisées. Les principaux facteurs dans l'opération de séchage par atomisation qui doivent être optimisés sont la température d'alimentation, la température de sortie de l'air et la température d'entrée de l'air (Liu et al., 2004).

La température d'alimentation modifie la viscosité de l'émulsion, sa fluidité et partant, sa capacité d'être pulvérisée d'une façon homogène. Quand la température d'alimentation augmente, la viscosité et la taille des gouttelettes diminueront, mais les températures élevées peuvent provoquer la volatilisation ou la dégradation de certains ingrédients thermosensibles. Le débit d'alimentation à l'atomiseur doit être ajusté pour que chaque gouttelette pulvérisée atteigne le niveau de séchage souhaité avant qu'elle entre en contact avec la surface de la chambre de séchage. De plus, le réglage approprié de la température d'entrée de l'air et le débit d'air est important (Zbicinski et al., 2002).

La température d'entrée de l'air est directement proportionnelle à la vitesse de séchage des microcapsules et à la teneur en eau du produit final. Quand la température d'entrée de l'air est basse, le faible taux d'évaporation provoque la formation des microcapsules avec les membranes de haute densité, la teneur en eau élevée, la faible fluidité et la facilité d'agglomération. Cependant, une haute température d'entrée de l'air peut provoquer une évaporation excessive et entraîner des

fissures sur la membrane induisant la libération prématurée et la dégradation de l'ingrédient encapsulé ou une perte des substances volatiles (Zakarian and King, 1982). La température d'entrée de l'air est généralement déterminée par deux facteurs: la température qui peut être utilisée en toute sécurité sans endommager le produit ou entraîner des risques d'opération et le coût comparatif des sources de chaleur (Masters, 1991).

La température de sortie de l'air a aussi un effet significatif sur la teneur en eau du produit final et sur la structure de microencapsulation. La température de sortie de l'air doit être contrôlée par la température d'entrée de l'air et le débit d'alimentation. Si la température de sortie de l'air est élevée, cela aidera à former une structure compacte de paroi (Liu et al., 2004). Il est assez difficile de prévoir ce température de sortie de l'air pour un produit donné, car elle dépend des caractéristiques de séchage de la matière. La température idéale de l'air sortant pour la microencapsulation d'ingrédients alimentaires tels que des arômes est comprise entre 50-80 °C (Zuidam and Nedovic', 2010).

Les meilleures conditions opératoires du séchage par pulvérisation sont un compromis entre la température élevée de l'air, la haute concentration de solide de la solution, la pulvérisation facile et sans les fissures et l'expansion des particules finales (Bimbenet et al., 2002). Le choix des conditions opératoires du séchage par atomisation dépend strictement du type de matière première utilisée et elles sont souvent déterminées par l'expérience.

I-1.8.C.2. Matériau de paroi pour la méthode de séchage par atomisation

Étant donné que presque tous les processus de séchage par atomisation dans l'industrie alimentaire sont effectués à partir de la formulation des aliments aqueux, le matériau de paroi doit être soluble dans l'eau à un niveau acceptable (Gouin, 2004). En plus de sa grande solubilité, un matériau de paroi pour la microencapsulation par atomisation doit posséder de bonnes propriétés sur le plan d'émulsification, de la formation du film, et du séchage. La solution concentrée du matériau de paroi doit avoir une faible viscosité à une concentration élevée (<500 cps à >45% solides) (Barbosa-Cánovas et al., 2005 ; Reineccius, 1988). De nombreux matériaux de paroi disponibles possèdent ces propriétés, mais le nombre de matériaux approuvés pour des utilisations alimentaires est limité. Beaucoup de biopolymères ont été utilisés dans la microencapsulation des ingrédients alimentaires par atomisation. L'encapsulation d'ingrédients alimentaires est souvent obtenu avec des biopolymères de diverses sources, tels que des gommes naturelles (gomme arabique, alginate, carragénans, etc), des protéines (protéines de lait ou de lactosérum, gélatine, etc), des maltodextrines avec différente équivalence de dextrose, des cires et leurs mélanges. Toutefois, les matériaux typiques pour l'encapsulation par atomisation sont des hydrates de carbone à faibles poids moléculaires, des protéines de soja ou de lait, de la gélatine et des hydrocolloïdes tels que la gomme arabique (McNamee et al., 1998; Fuchs et al., 2006; Soottitawatt et al., 2005; Apintanapong and Noomhorm, 2003).

Une étape importante dans la réalisation de l'encapsulation est le choix d'un matériau de paroi qui répond aux critères requis (la résistance mécanique, la compatibilité avec le produit alimentaire, la dissolution appropriée, la taille de particule appropriée, etc.) (Brazel, 1999). Traditionnellement, le choix des matériaux de paroi pour l'encapsulation par atomisation implique une procédure d'essais-erreurs dans laquelle les microcapsules sont formées. Ensuite, le produit final est évalué sur l'efficacité d'encapsulation, la stabilité dans les différentes conditions de stockage, le degré de protection offert au matériau de noyau, etc.

Il est évident que la fonctionnalité chimique, la solubilité et la diffusion à travers la matrice formée déterminent le degré de rétention de composés de noyau au cours de la préparation de microcapsules par atomisation. Par conséquent, l'efficacité de microencapsulation et la stabilité des microcapsules pendant le stockage dépendent considérablement de la composition du matériau de paroi.

- **Les hydrates de carbone** tels que les amidons, le sirop de maïs et les maltodextrines ont été

généralement utilisés comme les agents d'encapsulation (Kenyon, 1995). Ces matériaux sont considérés comme de bons agents d'encapsulation, car ils présentent une faible viscosité à haute concentration de solides et une bonne solubilité, mais la plupart d'entre eux n'ont pas les propriétés interfaciales nécessaires à l'efficacité élevée de microencapsulation. En général, ils sont associés avec d'autres matériaux d'encapsulation comme les protéines ou les gommages. Le polysaccharide soluble de soja s'est également révélé un émulsifiant supérieur à la gomme arabique pour conserver le butyrate d'éthyle microencapsulé pendant le séchage par atomisation (Yoshii et al., 2001).

- **Les gommages** sont utilisées dans la microencapsulation grâce à leurs propriétés sur le plan de la stabilisation d'émulsion et de la formation de film. Parmi toutes les gommages, la gomme d'acacia, généralement appelée la gomme arabique, se distingue par ses excellentes propriétés d'émulsification et donc elle est largement utilisée. Les propriétés d'émulsification et de microencapsulation de la gomme arabique ont été examinées par McNamee et al. (1998). La gomme arabique s'est révélée un matériau de paroi meilleur que les maltodextrines et l'amidon modifié pour l'encapsulation de l'oléorésine de cardamome, et les microcapsules obtenues présentaient un écoulement libre (Krishnan et al., 2005). La gomme arabique est généralement préférée parce qu'elle produit des émulsions stables pour la plupart des huiles avec une large gamme de pH, et elle forme également un film visible à l'interface d'huile. En raison de cette efficacité d'émulsification, la gomme arabique a été souvent utilisée pour encapsuler des lipides (Kenyon, 1995). L'efficacité de microencapsulation a diminué lorsque le rapport de (huile / gomme) a augmenté (McNamee et al., 1998). Typiquement, le rapport de l'huile au matériau de paroi, lorsque la gomme arabique est utilisée, est inférieur à 0,15. La gomme arabique est parfaitement adaptée à la microencapsulation de lipides en raison de son activité de surface et la propriété de formation de film. Le remplacement partiel (50%) de gomme arabique par le glucose a été constaté pour accroître l'efficacité de microencapsulation de l'huile de soja (McNamee et al., 2001). Toutefois, la maltodextrine DE 18,5 est considérée comme le remplacement partiel la plus appropriée de la gomme arabique, car le matériau de paroi obtenue présente une bonne solubilité et une reconstitution rapide de l'émulsion dans l'eau.

- **Les protéines**: Grâce aux excellentes propriétés fonctionnelles, les protéines deviennent un bon matériau de paroi pour l'encapsulation par atomisation. En plus, les protéines possèdent de bonnes propriétés de liaison pour les composés aromatiques (Landy et al., 1995). Les protéines les plus couramment utilisées pour encapsuler des ingrédients alimentaires par atomisation sont des protéines de lait (ou de lactosérum) et la gélatine.

En général, les matériaux de paroi utilisés dans l'encapsulation par atomisation sont les mono-et disaccharides, les maltodextrines, le sirop de maïs, les amidons modifiés, les gommages (telles que la gomme arabique ou la gomme de méléze), les protéines de lait ou de soja, la gélatine hydrolysée, et les combinaisons de ceux-ci. Souvent, un mélange des matériaux de paroi est utilisé pour obtenir à la fois les propriétés émulsifiantes (par exemple, avec les amidons modifiés ou la gomme arabique) et la prévention de l'oxydation par la formation d'un état vitreux (Zuidam and Nedovic', 2010).

CHAPITRE I-2.

FABRICATION ET QUALITE DE LA POUDRE ALIMENTAIRE: PROBLÉMATIQUES ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE

I-2.1. INTRODUCTION

Les aliments dans leur récolte, leur traitement et leur fabrication sont souvent convertis d'une forme à une autre. Généralement, la conversion implique la réduction de la taille des particules ou le séchage des mélanges liquides en poudre. Le sel, le sucre, les céréales, le lait des bébés, le café, les boissons chocolatées instantanées, les préparations pour les gâteaux, de nombreux médicaments ainsi que beaucoup d'autres produits de consommation courante sont conditionnés, voire utilisés, sous forme de poudre.

La raison principale pour la production de poudre alimentaire est simplement de prolonger la durée de vie de l'ingrédient en réduisant la teneur en eau, autrement l'ingrédient sera dégradé et décomposé dans son environnement biologique naturel. Une autre raison importante est la simplicité et l'économie des transports, car la réduction de la teneur en eau réduit la masse et donc le coût de transport. En général, la fonction principale de la forme de poudre est de maintenir la stabilité de la fonctionnalité des ingrédients jusqu'à ce qu'il soit nécessaire pour l'utilisation, qui est généralement dans une sorte de formulation humide (Fitzpatrick and Ahrné, 2005).

La manipulation et le traitement de la poudre alimentaire se compose d'une série d'opérations comprenant le stockage de poudre, le transport, le mélange, le mélange avec les liquides, le contrôle de la taille des particules, la séparation des particules. Elle concerne également les propriétés des particules et des poudres et comment cela affecte leur comportement. Au regard d'amélioration de la durée de vie et de la stabilité de l'ingrédient, de contrôle de sa libération, et d'amélioration de l'application finale de la poudre, la technologie d'encapsulation est désormais de plus en plus considérée par l'industrie alimentaire pour produire une grande variété de versions encapsulées des ingrédients et des additifs alimentaires en poudre. La qualité supérieure du produit peut être aussi obtenue en manipulant la taille des particules à travers la réduction de taille, l'agglomération et le tamisage. Les autres aspects importants dans la fabrication des poudres concernent la prévention de contamination, les problèmes des poussières, les risques d'incendie et d'explosion, les problèmes d'allergie...

Une bonne compréhension des propriétés et des caractéristiques de traitement de ces poudres est une exigence essentielle dans la conception, l'amélioration de la performance des processus et le dépannage. Dans les dernières années, il y a eu d'importantes contributions de plusieurs chercheurs dans l'amélioration de la technologie de manipulation et de traitement des poudres alimentaires. Cependant, il reste un grand nombre de problèmes pratiques auxquelles les méthodes actuelles ne peuvent pas répondre efficacement.

I-2.2. AUTRES PROCÉDES CLASSIQUES DE FABRICATION DES POUDRES ALIMENTAIRES

Les aliments solides secs sont produits en différentes formes et dimensions (des morceaux à très fines poudres). Les formes de produits déshydratés sont déterminées par l'état d'origine avant le traitement et les méthodes d'élimination d'eau. Deux méthodes d'élimination d'eau souvent utilisées pour produire les produits secs sont la séparation par la cristallisation/sublimation (lyophilisation – freeze drying) et l'élimination d'eau par l'évaporation (différentes techniques de séchage). En fonction du type de matière première utilisée, la méthode de fabrication des poudres sera choisie. La façon la plus courante d'obtenir des poudres alimentaires est par séchage des matières alimentaires liquides. Trois techniques, à savoir *le séchage par lyophilisation (freeze drying)*, *le séchage sur*

cylindres et le séchage par atomisation, sont généralement utilisées (Bhandari and Hartel, 2005). En plus, le processus de broyage des produits séchés est aussi utilisé en tant que processus de réduction de taille pour les aliments solides en morceaux.

La méthode de production des poudres par atomisation a présentée d'une façon détaillée dans le chapitre I-1. C'est pourquoi, dans ce chapitre, les autres méthodes (séchage par lyophilisation, séchage sur cylindres et broyage) seront mentionnées ci-dessous.

I-2.2.A. Séchage par lyophilisation (freeze drying)

Le séchage par lyophilisation implique l'élimination de l'eau congelée par la sublimation. Le processus de séchage par lyophilisation consiste principalement en deux étapes: le produit est congelé, et le produit est séché par la sublimation de la glace sous la pression réduite. La lyophilisation, ou freeze-drying, a premièrement été utilisée par Altmann en 1890 pour préparer des échantillons d'organes et de tissus pour un examen histologique au microscope (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Aujourd'hui, le séchage par lyophilisation est utilisé dans plusieurs domaines variés. Toutefois, cette méthode nécessite un vide poussé et la vitesse de séchage est lente, donc elle est très coûteuse. Dans l'industrie alimentaire, son application est limitée aux produits de grande valeur, tels que la viande, le café, le poisson, certains fruits de mer et les fruits.

I-2.2.A.1. Principe du processus de séchage par lyophilisation

La congélation du produit, la sublimation de la glace, et l'échappement de la vapeur d'eau sont les trois principales étapes d'une opération de séchage par lyophilisation. Un lyophilisateur typique (freeze-dryer) a trois principaux composants: une pompe à vide, une chambre de séchage et un condenseur (Figure I.21).

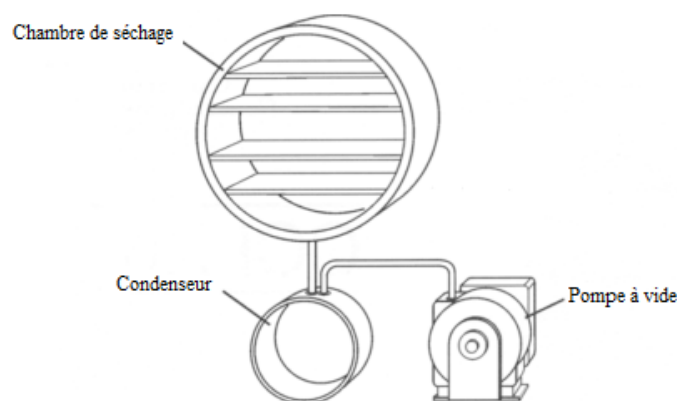


Figure I.21. Un système typique de la lyophilisation

- **La chambre de séchage**: la chambre de séchage ou la chambre de produits réfrigérés contient des matériaux étant séchés sur les plateaux et des plaques chauffées. Sa taille détermine la taille de l'objet qui peut être traité. La chambre est refroidie par les systèmes de réfrigération mécanique. Le matériau congelé est chargé sur les plaques chauffées qui fournissent l'énergie nécessaire à la sublimation de la glace et à la désorption de l'eau liée. Le transfert de chaleur se produit par la conduction à partir des plaques chauffées, par la convection de l'air à l'intérieur de la chambre de séchage aux surfaces exposées et par la radiation.

- **Le condenseur** : Quand la glace commence à sublimer, la vapeur d'eau est transportée à travers la chambre de séchage vers le condenseur réfrigéré qui peut prévenir le retour de la vapeur d'eau au produit sec et diminuer le volume des gazs étant retirés du système par la pompe à vide. Deux types sont disponibles: une chambre refroidie avec un système de réfrigération mécanique ou une autre refroidie avec le méthanol/glacé sèche ou l'azote liquide.

- **La pompe à vide**: Les pompes à vide retirent l'air et la vapeur d'eau de la chambre de séchage. Leur caractéristique la plus importante est donc le degré de vide qu'elles peuvent créer. Ceci est

particulièrement important aux températures plus froides où la pression de vapeur de la glace diminue, par exemple la pression de vapeur de la glace est 611 Pa à la température de 0°C mais elle est 38 Pa à -30°C (Lide, 1998). La capacité de pompage est également importante (la quantité d'air et de vapeur d'eau que la pompe peut retirer par minute), elle contrôle la vitesse à laquelle le système peut être évacué.

Un procédé de séchage par lyophilisation systématique pour les produits alimentaires comprend cinq étapes successives (Barbosa-Cánovas and Vega-Mercado, 1996) :

(1) Préparation et prétraitement : Les matières alimentaires sont souvent coupées, broyées, blanchies, précuites ou préconcentrées au début du processus de séchage.

(2) Pré-congélation: La température minimale et la vitesse de congélation sont les deux variables importantes dans ce procédé. Les matières alimentaires ont des températures de congélation plus basses que celle de l'eau pure. La structure, la consistance, la couleur et la rétention d'arôme sont considérablement affectées par la vitesse de congélation. La vitesse de congélation est généralement comprise entre 0,5 – 3 cm/h. La masse entière doit devenir rigide, consistant en cristaux de glace et composants alimentaires, à la fin de cette étape.

(3) Séchage primaire: Cette étape concerne la sublimation de la glace sous vide qui se produira quand l'énergie sous forme de chaleur latente est fournie. La force motrice pour la sublimation est essentiellement la différence de pression entre la pression de vapeur d'eau au front des glaces et la pression partielle de vapeur d'eau dans la chambre de séchage. La vitesse de séchage initiale est élevée en raison de faible résistance au transfert de chaleur et de masse au début. Quand le processus de séchage continue, une couche sèche autour de la matière congelée agit comme un matériau d'isolation, bloquant le transfert de chaleur vers le front des glaces et le transfert de masse à partir du front des glaces.

(4) Séchage secondaire: Cette étape commence quand il n'y a plus de glace dans le produit et l'eau liée dans le matériau de séchage doit être éliminée. La température et la pression dans le système de séchage doivent être les mêmes que celles du séchage primaire. Généralement, le processus de séchage est continué jusqu'à ce que l'humidité du produit atteigne 2-3%. Pour les produits alimentaires, la teneur en eau de 2-10% a été recommandée (Mellor, 1978).

(5) Emballage : Les produits alimentaires secs doivent être proprement emballés pour éviter l'absorption d'humidité et les réactions d'oxydation des lipides.

I-2.2.A.2. Avantages et inconvénients

Les avantages de la méthode de séchage par lyophilisation:

+ Le processus de séchage est effectué dans les conditions de vide, il y a donc une quasi-absence de l'air. L'absence d'air prévient la détérioration due à l'oxydation ou à la modification chimique des produits au cours du séchage.

+ La température de séchage est plus basse que la température ambiante. Par conséquent, les produits qui subissent la détérioration ou le changement sur le plan de la structure, de la texture, de l'apparence, de la saveur et de l'arôme dans les conditions de haute température peuvent être séchés sous vide avec les dommages chimiques et physiques minimaux (Barbosa-Cánovas and Vega-Mercado, 1996).

+ Les produits lyophilisés sont secs, clairs et poreux, conservant presque leur forme et texture d'origine. Les produits emballés peuvent être stockés pendant une longue période et conserver la plupart des propriétés physiques, chimiques, biologiques et organoleptiques de leur état frais.

+ La structure de la glace dans le produit au cours du processus de séchage réduit au maximum le rétrécissement du produit et ainsi favorise une réhydratation rapide et presque complète. Donc, la lyophilisation est très utile pour sécher des produits alimentaires qui sont utilisés dans les aliments instantanés. La structure poreuse du produit résultant de la sublimation de la glace fournit

d'excellentes propriétés instantanées aux poudres alimentaires lyophilisées.

Les inconvénients de la méthode de séchage par lyophilisation:

- + Elle est très coûteuse en raison de sa faible vitesse de séchage et l'utilisation du vide.
- + Le coût énergétique est très élevé parce que le matériau doit être initialement congelé, et ensuite la chaleur est fournie pour sublimer la glace et éliminer l'eau liée.
- + Le temps de séchage plus long est provoqué par la résistance au transfert de chaleur et de masse, et d'autres facteurs.
- + Il est difficile d'établir un système d'évacuation de la chaleur qui forme une distribution de cristaux de glace homogène dans tout l'aliment congelé.

I-2.2.B. Séchage sur cylindres

Le séchage sur cylindres a été introduit dans l'industrie il y a environ 100 ans. En commençant avec le séchoir à double cylindre qui présentait l'alimentation par le pincement entre deux cylindres. J.A. Just a été l'un des premiers inventeurs de recevoir les droits de brevet sur un séchoir sur cylindres avec deux rouleaux en 1902. Ce processus de séchage est généralement appelé le séchage sur cylindres, le séchage de film mince ou le séchage sur rouleau (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

I-2.2.B.1. Principe du processus de séchage sur cylindres

Les séchoirs sur cylindres sont constitués d'un ou plusieurs rouleaux cylindriques creux métalliques ou des tambours qui sont montés sur les axes horizontaux pour tourner à une vitesse variable. Un séchoir à double cylindre est représenté sur la figure I.22.

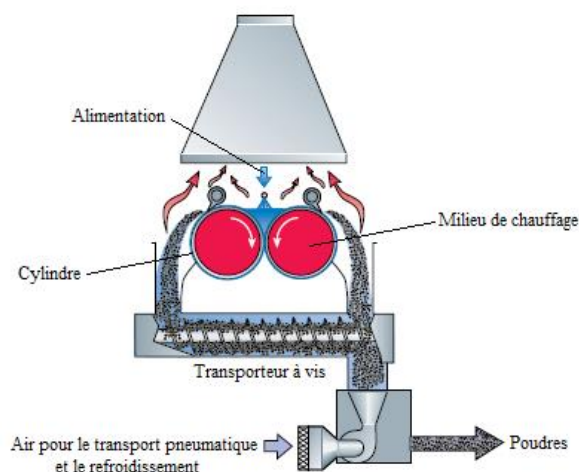


Figure I.22. Séchoir à double cylindre (Bylund, 2003)

Le séchage sur cylindres est un processus où la majorité de l'évaporation de l'eau a lieu par l'ébullition, généralement à la pression atmosphérique. Les séchoirs sur cylindres peuvent également fonctionner sous vide, mais ils sont coûteux (Daud, 2006). La matière première sous forme de suspensions, pâtes ou solutions visqueuses concentrées est étalée en film mince sur la paroi externe d'un cylindre métallique, chauffé intérieurement. Le milieu de chauffage est généralement de la vapeur, mais parfois l'eau chaude ou un liquide spécial à haute température, le gaz, l'huile peuvent être utilisés. Trois étapes de transfert de chaleur ont lieu dans la couche de matériau sur le cylindre: le chauffage de la couche mince à son point d'ébullition ; la vaporisation de l'eau et le changement de matériau à partir de l'état liquide à l'état solide ; et la température du produit s'approche de la température du cylindre.

Grâce à la chaleur transférée à travers l'épaisseur de la paroi à partir du milieu de chauffage à l'intérieur du cylindre, la température du produit augmente rapidement au dessus de 100°C. Dans les premières secondes, l'eau s'évapore par l'ébullition et pendant le reste du temps de contact, l'eau

est évaporée en raison de la différence de pression de vapeur entre l'interface du film de produit et la couche limite (Bhandari and Hartel, 2005). Le produit séché, sous forme de flocons, est raclé par un couteau après une révolution. Le diamètre d'un cylindre peut aller jusqu'à 2 m et une longueur de 5 m. Leurs capacités se situent entre 5-30 kg de produit par mètre carré et par heure. La vitesse rotative est comprise entre 1 et 30 tours par minute et le temps de séjour peut être fixé à partir de 2 s à 1 min en changeant la vitesse rotative. La pression de vapeur maximale est normalement de 12 bar (Land, 1991). L'épaisseur de couche du produit peut être contrôlée en ajustant soigneusement l'espace entre les deux cylindres, allant de 0,05 à 0,5 mm (Daud, 2006).

Le produit est récupéré sous la forme d'une feuille mince ou des flocons, mais la structure est très faible. Il est relativement poreux, la porosité est créée par les bulles de vapeur qui sont produites pendant l'ébullition. Les feuilles minces ou les paillettes sont brisées en une poudre grossière dans un transporteur à vis. Le processus de broyage final est effectué pour obtenir une taille souhaitée des particules.

I-2.2.B.2. Avantages et inconvénients

Les avantages de la méthode de séchage sur cylindres:

- + Le séchoir sur cylindres est simple dans son conception et son opération.
- + Le séchage sur cylindres est l'un des méthodes de séchage les moins chères pour les industries et il a de nombreuses applications pour les petites et moyennes productions. Il économise de l'espace et il est plus économique que le séchage par atomisation pour les petits volumes.
- + Les séchoirs sur cylindres ont des vitesses de séchage élevées et une efficacité thermique élevée (Barbosa-Cánovas et al., 2005).
- + Les poudres obtenues par séchage sur cylindres sont sous forme de flocons rapidement réhydratables. Elles sont faciles à reconstituer en raison de l'irrégularité, la structure relativement poreuse et la taille de particule plus grande (Bhandari and Hartel, 2005).
- + Les matériaux, allant des pâtes lourdes aux solutions diluées, peuvent être appliqués. Surtout, les matériaux thermosensibles peuvent également être efficacement séchés sous vide par ces séchoirs sans affecter défavorablement les enzymes, les vitamines et les protéines (Okos et al., 2006).
- + Le séchoir sur cylindres est un équipement extrêmement flexible car les variables opératoires comme la pression de vapeur, la vitesse rotative du cylindre, l'espace entre les deux cylindres, et le rapport de vitesses rotatives du cylindre peuvent être indépendamment réglées (Daud, 2006).

Les inconvénients de la méthode de séchage sur cylindres:

- + En raison de la dégradation de la qualité du produit due à la température élevée et à un long temps de séjour, le séchage sur cylindre a une application limitée et il a été progressivement remplacé par le séchage par atomisation. Les applications actuelles du séchage sur cylindres sont pour sécher des aliments pour les animaux, des purées de légumes, la compote de pommes, des céréales précuites du petit déjeuner, des mélanges de soupe sèche (Bhandari and Hartel, 2005).
- + Il est très difficile de sécher les produits riches en sucre tels que les jus de fruits, le petit-lait en raison des basses températures de transition vitreuse des solides présents dans ces aliments.
- + Les ingrédients sensibles insolubles dans l'eau, comme la graisse, ne sont pas efficacement encapsulés dans la matrice amorphe des hydrates de carbone ou des protéines pendant le séchage sur cylindres. Cela conduit à une teneur en graisse élevée et la susceptibilité à l'oxydation. La stabilité de la poudre sera plus influencée par cela (Bhandari and Hartel, 2005).
- + La matière première doit être sous la forme de liquide ou de pâte et il doit résister à une température relativement élevée. Plus spécifiquement, les matériaux qui n'adhèrent pas à une surface métallique ne peuvent pas être traités par ces séchoirs.

I-2.2.C. Processus de broyage (processus de réduction de taille)

Le broyage est une méthode mécanique de préparation de poudre impliquant la rupture des particules solides dans les broyeurs. Ce procédé est généralement appliqué à la préparation de poudres des matériaux cassants. Quelques exemples d'applications de la réduction de taille dans les procédés alimentaires sont le broyage du blé, le raffinage du chocolat, le broyage des épices et des légumes séchés, la préparation de la poudre de cacao, la production de farine de poisson, la fabrication du chocolat, etc.

I-2.2.C.1. Mécanisme de broyage

Le mécanisme de réduction de taille consiste à déformer le morceau d'aliment jusqu'à ce qu'il se brise ou se déchire. La rupture des matériaux est obtenue par l'application de forces différentes. Les forces couramment utilisées dans les procédés alimentaires pour la réduction de taille des particules sont appelées la force de compression, d'impact, de cisaillement, et de coupe. Par exemple, les broyeurs à cylindre nécessitent les forces de compression, les broyeurs à marteaux s'appuyent sur les forces d'impact, les broyeur à disques utilisent les forces de cisaillement et les broyeurs à couteaux rotatifs utilisent les forces de coupe. Pour les formes de particules, un gros morceau d'aliment avec de nombreux défauts peut être cassé avec une faible contrainte et une déformation très peu, tandis que les plus petits morceaux avec moins de défauts présentent une plus grande résistance à la rupture. Pour les produits alimentaires avec des structures fibreuses, le déchiquetage ou le coupe doit être considéré pour la réduction de la taille. Les matériaux durs et cassants comme les cristaux de sucre peuvent être écrasés, brisés par la force d'impact, ou broyés par l'abrasion (Barbosa-Cánovas and Juliano, 2005).

La quantité d'énergie nécessaire à la rupture d'un aliment est déterminée par sa dureté et sa friabilité qui dépend de la structure de l'aliment. Les autres facteurs influant sur la consommation d'énergie sont la teneur en eau et la thermosensibilité des aliments. La teneur en eau affecte significativement à la fois le degré de réduction de taille et le mécanisme de rupture dans quelques aliments. Cependant, une humidité excessive dans un aliment séché peut conduire à l'agglomération des particules qui bloque le broyeur et les aliments très secs créent de la poussière excessive, ce qui provoque un danger pour la santé, et des risques inflammable et explosif. La thermosensibilité des aliments détermine l'augmentation de température admissible et la nécessité de refroidir le broyeur (Fellows, 2000).

I-2.2.C.2. Propriétés des produits broyés

La rupture de la matière solide est effectuée par l'application des forces mécaniques qui attaquent les fissures présentes dans sa structure d'origine. Les produits broyés ont généralement une haute compacité et un faible niveau de surface d'échange (Mounir, 2007). Les particules obtenues après une opération de broyage ressembleront les polyèdres avec des faces presque plates et des arêtes pointues et des angles. Le nombre de grandes faces peut varier, mais sera généralement comprise entre 4 et 7 (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Il y a des faibles changements non déclarés de couleur, de saveur et d'arôme des aliments secs pendant la réduction de la taille. Il y a une perte de constituants volatils qui est accélérée si la température peut augmenter pendant le broyage. L'augmentation de surface des aliments au cours du broyage entraîne une perte de valeur nutritionnelle due à l'oxydation des acides gras et des carotènes (Fellows, 2000).

I-2.3. PROBLEMATIQUES DU PROCEDE DE FABRICATION ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE

I-2.3.A. Problématiques du procédé de fabrication

Les procédés de fabrication des poudres sont toujours liés à la qualité du produit, l'efficacité d'énergie, le coût de production, la sécurité du travail et la pollution de l'environnement. Les

chercheurs tentent de mieux comprendre comment les propriétés de l'alimentation et les conditions de traitement affectent la qualité de la poudre séchée. Les principaux problèmes de qualité sont la stabilité des composantes ou le maintien de la fonctionnalité en cours de traitement et comment cela va être affecté pendant le stockage et la manipulation jusqu'à l'application finale.

Dans les procédés de fabrication des poudres, le processus de séchage joue un rôle très important. Les sucres, sels, protéines, graisses, nucléotides etc. sont généralement présents dans les produits de poudre alimentaire. En raison de cela, le comportement de séchage est difficile à prévoir et souvent difficile à réaliser dans les grands séchoirs (Meesters, 2002). Les propriétés d'écoulement de ces produits causent de nombreux problèmes dans la fabrication, les études sur la modélisation et le contrôle de ces propriétés d'écoulement ont été réalisés, mais pas beaucoup. Le collage des produits sur les parois de la chambre de séchage pendant le séchage par atomisation est aussi un grave problème et il conduit à une perte de produits et l'augmentation des coûts de nettoyage et d'effluents. L'efficacité de récupération du produit diminue considérablement. L'adhérence des produits dans la chambre de séchage peut également entraîner des incendies dans la chambre de séchage à cause de l'inflammation du produit. Le comportement collant au cours du séchage et la hygroscopicité de ces produits complexes sont déterminés sur la base d'une méthode d'essai-erreur. Une meilleure compréhension du processus de séchage est très nécessaire.

La microencapsulation par l'atomisation est une approche pour maintenir la stabilité des composants et contrôler ses libérations. Le choix d'un matériau de paroi approprié, le taux entre le matériau de paroi et le matériau de noyau, la taille des particules et l'homogénéité de l'émulsion, les conditions opératoires de l'atomiseur sont très importants pour l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules.

L'opération de séchage a une consommation d'énergie intensive qui peut et doit être optimisée. En plus, il y a beaucoup d'opérations de manipulation et de traitement des poudres utilisant de grandes quantités d'énergie, et la plupart ne sont pas optimisés au regard de la consommation d'énergie. Donc, il y a toujours un besoin pour les stratégies qui peuvent réduire cette demande d'énergie. Ces innovations et leur mise en œuvre sont généralement dictées lorsque les coûts d'énergie augmentent de façon significative.

I-2.3.B. Opportunités de recherche

Impacts des conditions opératoires (particulièrement le séchage) et des propriétés de l'alimentation sur la qualité des poudres: les conditions de séchage et les propriétés de l'alimentation jouent un rôle clé dans la détermination des paramètres de qualité de poudre, particulièrement la stabilité de la fonctionnalité des ingrédients; le comportement de la poudre pendant le stockage, le transport et le traitement; et comment elle reconstitue lors de la formation des formulations humides.

Les conditions opératoires qui doivent être étudiées sont, par exemple:

- Le débit d'alimentation et de l'air
- La pression de traitement, la pression de l'atomiseur, de l'air comprimé (spray drying)
- La température de séchage, la température de l'air entrant et de l'air sortant, la température de congélation (freeze drying)
- La vitesse de l'air chaud, la vitesse de congélation et la vitesse de rouleau (séchage sur cylindres), la vitesse de l'atomiseur rotatif.
- Le temps de traitement
- Le degré de vide (freeze drying)
- Les conditions ambiantes: la température et l'humidité

Les propriétés de l'alimentation comportent:

- La viscosité de la matière première sous forme de liquide
- La tension superficielle

- La teneur en matière solide
- La température de la matière première
- La taille de la matière première
- La sensibilité thermique

Utilisation de la technologie de microencapsulation des ingrédients alimentaires pour contrôler la qualité des poudres: les études doivent être réalisées pour trouver les nouveaux matériaux de paroi, les taux appropriés entre le matériau de paroi et le matériau de noyau pour chaque produit étudié. Comment les compositions d'alimentation, les conditions de séchage par atomisation influencent l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules pendant le séchage, le stockage, le traitement et le transport.

Réduction des coûts et l'optimisation des procédés de fabrication: chercher à contrôler la teneur en solide de l'alimentation et du produit final, on peut réduire l'énergie nécessaire à l'évaporation, éviter le surséchage (overdrying) qui économise l'énergie et améliore la qualité. L'optimisation au regard de la consommation d'énergie pour les équipements tels que la pompe, le ventilateur, le compresseur, le broyeur et particulièrement l'énergie thermique dans les séchoirs. L'implémentation et le développement des systèmes de mesure et de contrôle qui peuvent efficacement contrôler les paramètres de procédé. L'utilisation et le développement des logiciels informatiques, par exemple le CFD (Computational fluid dynamics) pour modeler le processus de séchage.

Amélioration de l'adhésif et l'auto-allumage du produit dans la chambre de séchage: comment prédire la probabilité de collage du produit dans la chambre de séchage et comment prévenir son apparition? Le produit qui colle sur la paroi de la chambre de séchage peut s'auto-enflammer avec le temps. Il y a un besoin pour une meilleure compréhension de ces mécanismes d'auto-allumage et de la façon de prévenir leurs apparitions.

I-2.4. PROBLEMATIQUES DE QUALITE ET OPPORTUNITES DE RECHERCHE

I-2.4.A. Problématiques de qualité de la poudre alimentaire

La plupart des poudres alimentaires ne sont pas directement consommées par les humains et les animaux, elles sont généralement mélangées avec de l'eau et d'autres liquides pour produire des formulations humides, qui sont ensuite transformées pour fabriquer des produits qui sont consommés directement (Fitzpatrick and Ahrné, 2005). La qualité de la poudre alimentaire peut être définie en termes de:

- ✚ La fonctionnalité de la poudre lorsqu'elle est utilisée, comme le goût ou les propriétés de gélification.
- ✚ Les propriétés physiques de la poudre, tels que la distribution de tailles des particules et des propriétés d'écoulement.
- ✚ La sécurité en termes de contaminants.

Les poudres alimentaires sont généralement considérées comme ayant une faible valeur, il y a donc beaucoup de difficultés à ajouter des coûts aux poudres, ce qui a un effet inhibiteur important sur l'innovation et la résolution de problèmes dans la production de poudre alimentaire. La technologie est limitée parce que le coût supplémentaire ne peut pas être ajouté, et par conséquent, le coût de production est le pilote qui est en train de retarder les innovations.

La facilité de manipulation de poudre dans l'usine et à la maison, que ce soit la fluidité de la poudre, l'agglomération, l'état collant, la poussière ou la capacité de reconstituer sont les vrais problèmes. De plus en plus de gens mangent à l'extérieur de la maison, les restaurations rapides croissent rapidement. Les ingrédients sous forme de poudre sont pratiques pour le stockage et la stabilité. Les fournisseurs préfèrent les grands paquets de poudre qu'ils laissent souvent ouverts, ce qui peut donner lieu aux problèmes d'agglomération, d'oxydation, etc.

Selon le Document Stratégique pour la recherche des poudres alimentaires (2003), la qualité de la poudre alimentaire incorpore:

- i) les méthodes de séchage pour maintenir l'état natif des ingrédients moléculaires, ou la dénaturation sélective pour une utilisation fonctionnelle spécifique. La dégradation de la fonctionnalité des ingrédients peut être problématique lors de la fabrication de la poudre et elle peut réduire la solubilité, la dispersion et donc les fonctions ultérieures de l'épaississement, de la gélification et de l'activité de surface.
- ii) la stabilité de la fonctionnalité des ingrédients sous forme de poudre. Les particules fragiles sont abrasées plus loin, les réactions d'oxydation se produisent et les entités encapsulées peuvent être libérées.
- iii) L'adéquation des propriétés de la poudre pour le stockage, la manipulation et l'application. Dans ce cas, les propriétés de la poudre peuvent conduire aux problèmes de poussières concernant la sécurité pour les opérateurs, les problèmes de nettoyage sévère et même les risques d'explosion; la dissolution et l'agglomération donnent lieu à un allongement du temps de traitement et un mauvais mélange. Lorsque le produit est distribué lui-même comme un mélange sec, la ségrégation et le dépôt des composants peuvent se produire.

I-2.4.B. Opportunités de recherche

Stabilité de la fonctionnalité des ingrédients: En raison de l'origine biologique des poudres alimentaires, une préoccupation majeure est la stabilité des composants à partir de la production jusqu'à l'application finale de la poudre. Ainsi, la recherche dans le maintien de la stabilité de la fonctionnalité des ingrédients lors de la formulation avant le séchage, le séchage, le stockage, la manipulation, le traitement et la réhydratation est clé pour les ingrédients de la poudre alimentaire. Quelques exemples de thèmes de recherche générale comprennent (Fitzpatrick and Ahrné, 2005):

- La recherche sur la technologie de formulation avant le séchage et le rôle des additifs dans le maintien et l'amélioration de la stabilité du composant.
- La recherche sur les mécanismes de stabilisation de petites molécules des biopolymères lors de l'élimination de l'eau pendant le séchage.
- La recherche sur les technologies de séchage améliorées et substitutives qui maintiennent la stabilité des composants.
- La recherche sur les facteurs qui influent sur la déstabilisation de la fonctionnalité des ingrédients sous forme de poudre pendant le stockage, la manipulation et la réhydratation.
- La recherche sur les technologies d'agglomération, de revêtement, d'encapsulation et de barrière pour maintenir la stabilité des composants et fournir des poudres composites "intelligentes" que leur libération des composants est contrôlée.

Caractéristiques d'écoulement: La fluidité d'une poudre est un attribut de qualité important pour la facilité de manipulation, de traitement et d'application finale. L'état physique et chimique des composants de la poudre va influencer la nature cohésive, les caractéristiques d'agglomération et d'adhésivité de la poudre qui vont influencer ses caractéristiques d'écoulement. Le processus de production et les conditions de stockage/manipulation de la poudre vont influencer l'état chimique et physique des composants, donc cela conduit aux possibilités de recherche suivantes:

- La recherche sur les impacts de la déshydratation, en particulier le séchage par atomisation, et du stockage sur les composants et leurs interactions qui affectent l'adhésivité, la cristallisation et l'agglomération, qui vont finalement affecter la fluidité. La science des biomatériaux, par exemple les études de transition vitreuse, joue un rôle important en fournissant des informations sur les interactions moléculaires et l'existence de différentes phases et les transitions de phase pendant la production de poudre.
- La recherche sur comment la composition, l'emplacement des composants et l'état physique des composants couplés avec les conditions de stockage affectent les caractéristiques

d'écoulement de la poudre.

- La recherche sur la taille et la forme des particules de la poudre, et comment cela peut influencer l'écoulement de poudre et d'autres caractéristiques.
- La recherche en vue de trouver des agents anti-agglomérants effectifs pour obtenir la qualité alimentaire et ils ne sont pas en général perçus par les consommateurs.

Formation de poussière: Le besoin d'aboutir à une grande surface spécifique indispensable pour aboutir à une grande activité de surface, implique la nécessité de fabriquer des particules très fines. Cela entraîne la formation de poussière. La génération de poussière peut conduire à un certain nombre de problèmes pour les poudres alimentaires (Fitzpatrick and Ahrné, 2005):

i) les problèmes de santé, notamment les problèmes d'allergie. En raison de leur origine biologique, il y a toujours la possibilité qu'une poudre alimentaire puisse contenir des composants actifs biologiques, tels que les enzymes qui peuvent être nocifs et entraîner des problèmes d'allergie.

ii) la contamination et les problèmes d'hygiène dans l'usine à cause du dépôt et de l'adhérence des poussières sur l'équipement.

iii) les risques d'incendie / d'explosion.

Par conséquent, l'amélioration dans la mesure de la poussière, la prévention et le contrôle de la formation de poussière est un enjeu majeur lors de la production de poudres alimentaires.

Ségrégation: Beaucoup de poudres alimentaires sont des mélanges d'ingrédients de base, d'éléments nutritifs, d'agents aromatisants, de colorants et d'autres matériaux de fonctionnalités spécifiques. Si les ingrédients ont des différentes propriétés de particules, en particulier la taille des particules, ce qui peut conduire à la ségrégation ou au triage après le processus de mélange. Ainsi, la ségrégation dans les poudres alimentaires peut avoir des conséquences graves. La ségrégation peut causer des problèmes fonctionnels ou nutritionnels. Éviter la ségrégation est un défi dans l'industrie alimentaire où les matériaux avec une large gamme de propriétés physiques et chimiques sont souvent mélangés; et un produit mélangé finale complètement homogène est attendue (Barbosa-Cánovas et al., 2005). L'industrie alimentaire souhaitait avoir des outils pour mesurer la tendance de la ségrégation et pour prédire la différence maximale tolérable de propriétés de particules avant que la ségrégation devienne un problème. De plus, il est souhaitable d'avoir une approche systématique pour assister au développement des mélanges non-ségrégatifs (Fitzpatrick and Ahrné, 2005).

Production de formulations humides: Il n'y a pas beaucoup de poudres alimentaires qui sont consommées directement par le consommateur final sous forme de poudre seulement. La plupart sont incorporées comme les ingrédients dans une sorte de formulation humide, quelque part le long de la chaîne de production avant d'être finalement ingérée par le consommateur. Les propriétés de reconstitution de la poudre alimentaire ont un rôle décisif dans la production de ces formulations humides. Beaucoup de poudres produites par le séchage par atomisation ou le broyage sont difficiles à réhydrater. Dans le cas de la poudre de matériaux biologiques séchés, un certain nombre de propriétés telles que la mouillabilité, la solubilité et la dispersibilité peuvent influencer les caractéristiques de reconstitution globales (Barbosa-Cánovas et al., 2005). Donc, cela conduit aux possibilités de recherche suivantes:

- La recherche sur les impacts des méthodes de déshydratation, en particulier le séchage par atomisation, et du stockage sur la mouillabilité, la solubilité et la dispersibilité de la poudre dans la production des formulations humides.
- La recherche sur comment la structure de granule affecte la vitesse de mouillage, de dispersion et de dissolution dans la formation des formulations humides.
- La recherche sur le rôle des additifs dans l'amélioration de la mouillabilité, la solubilité et la dispersibilité.

Ingénierie de particules: Les caractéristiques spécifiques des particules (taille, forme, surface,

structure cristalline et morphologie) sont parmi les facteurs importants pour contrôler les propriétés technologiques de la poudre. L'ingénierie de particules est un terme créé pour englober des moyens de production de particules ayant une morphologie définie, une distribution des tailles de particules, et une composition définie. Dans un sens plus strict, l'ingénierie de particules est associée aux techniques de réduction de la taille des particules (telles que le broyage, l'homogénéisation), aux techniques de formation de micro-ou nanoparticules (telles que le séchage par atomisation), et aux technologies de fluides supercritiques et de microencapsulation, d'agglomération. Cela implique l'ingénierie de particules d'ingrédients alimentaires en poudre qui peut maintenir la stabilité et la fonctionnalité des ingrédients, qui ne présente pas de problèmes de formation de poussière, qui ne présente pas de difficultés liées à la manipulation et au transport, et le produit peut être facilement réhydraté pour délivrer leur performance fonctionnelle requise dans une formulation humide. La principale limitation de ce type d'approche est la faible valeur des poudres alimentaires qui retarde ce type d'innovation. D'autre part, l'ingénierie de particules est la clé pour une plus haute valeur ajoutée des poudres alimentaires, par exemple les produits avec d'excellentes propriétés instantanées et la libération contrôlée des composants.

I-2.5. RECHERCHES PROPOSEES DANS LE CADRE DU PRESENT PROJET

I-2.5.A. Objectifs de la thèse

Dans le domaine de la poudre alimentaire, il y a encore beaucoup de problèmes restant à résoudre à la fois pour le processus de production et la qualité de la poudre comme cité ci-dessus. L'assurance de la qualité à partir de la production jusqu'à l'application finale, l'augmentation de valeur de la poudre alimentaire, l'utilisation efficace de l'énergie, la sécurité et la prévention de la pollution d'environnement sont des problèmes remarquables qui doivent être concernés et étudiés de nos jours. L'objectif de la thèse est de contribuer à résoudre quelques problèmes concernant le contrôle et l'amélioration de la qualité de poudre alimentaire, l'efficacité du transfert de chaleur dans les opérations d'atomisation et d'autovaporisation (le traitement DIC – la détente instantanée contrôlée) en vue de répondre aux questions suivantes :

- Comment les conditions opératoires de l'atomisation et du traitement DIC affectent la qualité de poudres et l'efficacité du transfert de chaleur dans la chambre de séchage ?
- Comment les propriétés de l'alimentation affectent la qualité de poudres et l'efficacité du transfert de chaleur dans la chambre de séchage ?
- Quels paramètres sont les plus importants dans la fabrication d'un matériau de paroi à partir de la gomme arabique et la maltodextrine pour l'encapsulation d'ingrédient alimentaire par l'atomisation ?
- Comment les additifs influent sur les propriétés de la poudre et l'efficacité du transfert de chaleur dans la chambre de séchage ?

Finalement, grâce à la comparaison des propriétés du produit fini, on peut trouver une technique substitutive capable de contrôler et améliorer la qualité de la poudre, de résoudre les problématiques reconnues sur le plan du coût de production et d'opération, de la consommation d'énergie, et des problèmes de poussière. A travers l'optimisation des conditions opératoires de l'atomisation et de l'autovaporisation, on peut trouver les conditions opératoires optimales qui sont capables de fabriquer des poudres de haute qualité, et d'obtenir une haute efficacité du transfert de chaleur dans la chambre de séchage. Un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation et un taux approprié de l'additif seront aussi examinés.

I-2.5.B. Atout : Autovaporisation et alvéolation instantanées

L'autovaporisation est le procédé par lequel de la vapeur est libérée, à partir d'un matériau humide, par variation des conditions thermodynamiques du milieu environnant en deçà de la pression de saturation du liquide ; la durée de l'opération doit être assez faible pour permettre de négliger tout échange de chaleur avec le milieu extérieur. Le corps humide se trouvant ainsi dans un état instable

en termes d'équilibre de phase dès la chute de pression, fournit la majeure part de l'énergie - chaleur nécessaire à l'évaporation en question.

Dans le cas d'une autovaporisation instantanée, la variation des conditions thermodynamiques est tellement abrupte que l'on peut considérer comme nuls les phénomènes d'échange et de transfert thermique (contact, convection, rayonnement,...) entre le système et le milieu extérieur ; la chaleur d'évaporation du liquide est exclusivement fournie par la matière et le phénomène est tout naturellement accompagné d'une baisse immédiate de la température et un refroidissement instantané du produit résiduel. La nature « abrupte » du processus induit, souvent, une certaine expansion (alvéolation) des produits biologiques ; les premières applications de la DIC ont ainsi permis de remédier au phénomène de « retrait » qui caractérise la déshydratation par air chaud et d'améliorer les cinétiques des phases ultérieures de séchage, menant par la suite, à l'obtention de produits finis de très hautes qualités texturale, organoleptique et hygiénique.

De nombreuses opérations et expérimentations réalisées telles que le BLEVE (Boiling Liquid Expanding Vapor Explosion), le LOCA (Loss Of Coolant Accident), le WFE (Water Flash Evaporation Cooling), le CSC (Cryogen Spray Cooling),... impliquent l'autovaporisation (Al Haddad, 2007). Issu des études théoriques du Professeur ALLAF concernant l'expansion lors de l'extrusion (Allaf, 1988) la technologie DIC (Détente Instantanée Contrôlée) est fondée sur la thermodynamique de l'instantanéité et des processus d'autovaporisation couplés à l'évolution hydro-thermomécanique de nombreux polymères à usage alimentaires, cosmétiques, pharmaceutique, etc. Cette technologie est capable de coupler, presque systématiquement la maîtrise de la haute qualité à la réduction du coût énergétique.

Au cours de ces vingt dernières années, le laboratoire maîtrise des technologies agro-industrielles (à l'Université de Technologie de Compiègne UTC de 1988 à 1993 et à l'Université de La Rochelle à partir de 1994) a procédé à l'étude des différents aspects des phénomènes physiques basés sur l'instantanéité. Sept familles de brevets ont été déposées à partir de 1988 (Allaf et al, 1993) (Allaf et al, 1998)... La DIC, en tant que technologie issue de la thermodynamique de l'instantanéité, a fait l'objet de nombreuses applications (Allaf, 1988) (Allaf, 1989) (Allaf, 2002) et plusieurs travaux de thèses de doctorat concernant le séchage (Sahyoun, 1996), le séchage/texturation (Louka, 1996), l'étuvage (Habba, 1997), le séchage du poisson (Juhel, 2000), la débactérisation (Debs-Louka, 2000), le traitement du bois archéologique (Sanya, 2000), le séchage de produits pharmaceutiques (Rakatozafy, 2001), la pulvérisation sous vide (Delgado-Rosas, 2002), le traitement de légumineuses (Haddad, 2002) et le traitement du riz (Thai Cong, 2002), le traitement DIC par Micro-ondes (Klima, 2006), l'extraction de l'huile de l'ylang ylang (Kristiawan, 2006), l'extraction de l'huile essentielle du bois (Mellouk, 2007), la définition d'un atomiseur à trois étages couplant la pulvérisation à l'expansion par DIC, appliquée au cas du lait (Mounir, 2007).

Dans la présente étude, une place particulière a ainsi été accordée aux processus d'autovaporisation et la Détente Instantanée Contrôlée DIC a pu résoudre de nombreuses problématiques industrielles. Le séchage de produits en morceaux a ainsi pu être réalisé avec, à la fois, une énorme amélioration de la qualité et une très bonne amélioration de l'efficacité en termes de consommation énergétique.

I-2.5.C. Principales étapes de la réalisation des objectifs

Afin de réaliser les objectifs de la thèse, deux matières premières examinées sont la gomme arabique et le soja. La gomme arabique est un excellent additif qui est appliqué dans de nombreux domaines scientifiques et industriels, particulièrement l'industrie alimentaire avec le symbole E414; elle est aussi un type de matériau de paroi important dans la technologie d'encapsulation. Le soja est vraiment une superpuissance nutritionnelle en comparaison de la plupart des principales sources alimentaires d'aujourd'hui. Il contient la plus grande quantité de protéines de tous les grains et légumes. Le soja est très utilisé dans les pays asiatiques et le lait de soja est actuellement à l'étude afin de remplacer progressivement le lait de vache grâce à ses intérêts.

Les principales étapes de la réalisation des objectifs dans cette thèse comprennent les recherches

suivantes:

- Étude comparative des procédés de production de la poudre de gomme arabique et les impacts du traitement DIC sur les propriétés du produit fini.
- Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur dans la fabrication du mélange de poudres de gomme arabique (GA) et maltodextrin (MD).
- Étude comparative des procédés de production de la poudre de soja et les impacts du traitement DIC sur les propriétés du produit fini.
- Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur dans la fabrication de la poudre de soja.
- Impacts du taux (GA/MD) dans la fabrication de la poudre de soja par atomisation.

Ces recherches sont réparties en cinq chapitres et discutées dans la partie de résultats. En vue d'effectuer ces principales étapes, les expériences de l'atomisation et du traitement DIC seront réalisées. Les protocoles de traitement et la méthode des plans d'expériences seront présentés ci-après. Les produits finis sont analysés et caractérisés. Les méthodes de caractérisation de la poudre seront abordées dans la partie suivante.

PARTIE II.

MATERIELS ET METHODES

CHAPITRE II-1.

MATIERES PREMIERES

II-1.1. MATERIAUX ETUDIES

Dans ce chapitre, nous allons présenter les produits que nous avons eu à étudier au long de ce travail. Il s'agit principalement de Gomme Arabique et Soja.

La gomme arabique a été achetée au marché local en France. La gomme arabique brute a été triée et classifiée et ses impuretés éliminées. Seules les particules de taille moyenne comprise entre 1,4 mm et 2 mm et de teneur initiale en eau de 15% base sèche ont été sélectionnées. La poudre de gomme arabique atomisée avec la teneur en eau de 9%, la masse volumique apparente simple de 415 kg.m^{-3} et le diamètre moyen surface-volume de $120 \mu\text{m}$ a été utilisée.

Les graines de soja utilisées dans cette étude ont été obtenues à partir d'un marché local à La Rochelle en France et produits par Tat Hui Foods Co. Ltd, en Chine. La masse volumique apparente simple est d'environ 769 kg.m^{-3} . Les graines de soja entières ont été nettoyées et leurs impuretés retirées avant l'utilisation. Environ 400 g de graines ont été utilisés pour chaque essai.

La maltodextrine utilisée ayant un dextrose équivalent (DE) 19 a été fournie par Roquette Frères, en France.

II-1.2. GOMME ARABIQUE

De toutes les gommes, la gomme arabique est la plus connue et la plus ancienne. Son utilisation par les égyptiens remonterait à 2650 av JC. « Kami » était le nom qu'ils donnaient à la gomme arabique. La gomme arabique aurait servi à assurer la cohésion des bandages de momies (Whistler and BeMiller, 1993). Au XVe siècle, des navigateurs européens ont découvert la gomme arabique sur les côtes du Sénégal et de la Mauritanie actuelle. Ils en firent usage comme denrées alimentaires. Au XVIIIe siècle, une « guerre de la gomme » sanglante et acharnée a permis à la France d'obtenir le monopole de son commerce sur la côte ouest africaine.

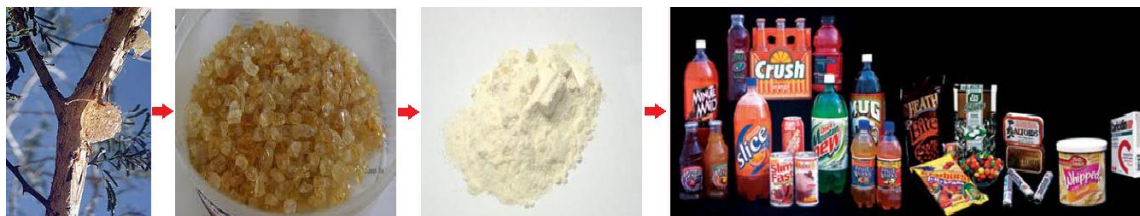


Figure II.1: Gomme Arabique

II-1.2.A. Source de la gomme arabique

La gomme arabique, dont la gomme Sénégal n'est qu'une variété, consiste en un exsudat de sève descendante solidifié, amalgamé naturellement ou par incision, sur le tronc et au pied d'arbres de la famille des acacias. Elle est récoltée principalement en Afrique saharienne (Maghreb, Mali, Sénégal, Tchad, Égypte, Soudan...).

Parmi les 900 espèces d'acacias répertoriées, l'acacia Sénégal originaire du Soudan est le plus connu. Il produit la meilleur qualité de gomme arabique appelée gomme Sénégal.

Les méthodes pour recueillir la gomme arabique consiste à inciser l'écorce des acacias selon les différentes techniques (incisions, arrachement de l'écorce...). L'objectif de ces méthodes est de recueillir la gomme arabique qui s'écoule naturellement par les incisions faites à l'écorce des arbres. Plus les incisions sont nombreuses, plus le rendement est élevé. Cependant la quantité récoltée est variable selon les arbres de 20 g à 2000 g par individu (en moyenne 250 g / arbre). La récolte ou la période de gommose a lieu de décembre à juin.

II-1.2.B. Propriétés

La gomme arabique est un polysaccharide acide fortement ramifié qui se présente sous la forme de mélanges de sels de potassium, de magnésium et de calcium. Les éléments monomères de l'acide libre (acide arabique) sont le D-galactose, le L-arabinose, le L-rhamnose et l'acide D-glucuronique.

On admet que les gommages arabiques se composent au moins de deux fractions de polysaccharides de structures différentes. La fraction de masse moléculaire supérieure contient une part d'acides aminés modeste mais déterminante pour ses propriétés. Environ 2% de la gomme arabique est une protéine qui est riche en hydroxypropyl, prolyl et seryl (Al-Assaf et al., 2005a). Ses compositions chimiques varient légèrement avec la source, le climat, la saison, l'âge de l'arbre, etc..., mais les données analytiques typiques sont données dans le tableau II-1.

Tableau II-1: Caractéristiques de gomme arabique originaire de *Acacia senegal* et *Acacia seyal* (Phillips and Williams, 2000)

Paramètres	Acacia senegal	Acacia seyal
% galactose	44	38
% arabinose	27	46
% rhamnose	13	4
% acide glucuronique	14,5	6,5
Acide 4-O-méthyl-glucuronique	1,5	5,5
% azote	0,36	0,15
Rotation spécifique (degrés)	-30	+51
Masse moléculaire moyenne (kDa)	380	850

On trouve la gomme arabique dans le commerce sous forme de poudre ou de cristaux non moulus plus ou moins ronds, de couleur jaune pâle à jaune brunâtre. La surface extérieure des cristaux est mate et fendillée et leur cassure est vitreuse ; elles sont souvent également traversées par de fines fissures. La gomme est fade et inodore. La couleur de la forme sèche ne peut pas être utilisée pour prévoir la couleur de la solution.

+ **Solubilité et viscosité:** La gomme arabique est soluble dans l'eau, elle se disperse lentement dans la glycérine, insoluble dans l'huile et dans la plupart des solvants organiques. Les caractéristiques de solubilité d'une gomme particulière dépendent de l'âge de l'arbre, de la quantité de pluie dans la région où elle est récoltée, du temps de l'exsudation et la condition de conservation.

La gomme arabique a une viscosité relativement faible par rapport à d'autres gommages. La plupart des gommages ne peuvent pas se dissoudre dans l'eau aux concentrations supérieures à 5% en raison de leur viscosité élevée. Au lieu de cela, la gomme arabique peut se dissoudre dans l'eau à une concentration de 50%, en formant une solution fluide avec les propriétés acides (pH ~ 4,5). Les solutions contenant moins de 10% de GA ont une faible viscosité et de répondre à un comportement newtonien. Cependant, les interactions stériques des molécules hydratées augmentent la viscosité dans les solutions contenant plus de 30% de GA, résultant en un comportement de plus en plus pseudo-plastique (Montenegro et al., 2012).

+ **Propriétés d'émulsification:** la gomme arabique est bien reconnue comme un émulsifiant utilisé dans les industries de la saveur et de l'huile essentielle. Randall et al. (1988) a indiqué que l'AGP (Arabinogalactane-protéine complexe) est le composant principal responsable de la capacité de stabiliser les émulsions, par l'association de la composante de protéine amphiphile AGP avec la surface de gouttelettes d'huile, tandis que la fraction d'hydrate de carbone hydrophile est orientée

vers la phase aqueuse, empêchant l'agréation des gouttelettes par répulsion électrostatique.

+ **pH**: Le pH de la gomme arabique aqueuse est généralement acide avec de grandes variations entre les échantillons. Les variations peuvent être attribuées à la source de la gomme et à la méthode de préparation de la solution.

+ **Toxicité**: La gomme arabique est non-toxique et non-inflammable, toutefois elle est un fort allergène pouvant causer des crises d'asthme si elle est inhalée (sous forme de vapeur).

Les données sur les propriétés physiques-chimiques de la gomme arabique d'Acacia Sénégal utilisées en tant que paramètres de qualité internationales sont présentées dans le tableau II-2.

Tableau II-2: Spécifications internationales de qualité de la gomme arabique (FAO, 1990)

Propriété	Valeur
Humidité (%)	13 - 15
Teneur en cendres (%)	2 - 4
Energie interne (%)	30 - 39
Matières volatiles (%)	51 - 65
Rotation optique (degrés)	(-26) – (-34)
Teneur en azote (%)	0,26 – 0,39
Composition cationique de cendres totales à 550 ° C	
Cuivre (ppm)	52 - 66
Fer (ppm)	730 - 2490
Manganèse (ppm)	69 - 117
Zinc (ppm)	45 - 111

II-1.2.C. Utilisation de la gomme arabique

Dans les pays de production: La gomme arabique est utilisée sous plusieurs formes.

+ Alimentation: la gomme arabique est utilisée comme l'épaississant, notamment dans les dragées. Les paysans produisent une mixture à base de gomme arabique et de fruits des Balanites, les commerçants le vendent comme une friandise à mâcher. En plus elle sert à la fabrication des loukoums. La gomme arabique est normalisée en Europe comme l'épaississant alimentaire E414.

+ Textile: en Afrique de l'Ouest, la gomme arabique est utilisée comme l'agent de solidification et de brillance des basins, tissus de coton damassé très prisés pour la confection de vêtements d'apparat.

+ Soins: la gomme arabique bouillie est servie à la femme juste après l'accouchement; pour soigner les furoncles; pour le traitement des maladies de la peau, des blessures, de la lèpre, de la dysenterie, etc... Elle sert aussi d'excipient dans la fabrication de certains médicaments.

+ Construction: les maçons l'utilisent pour assurer l'imperméabilité des toitures (à base d'argile et de pailles). Les peintres la mélangent à la chaux pour peindre les murs des maisons.

+ Peinture: la gomme arabique est un constituant à la fabrication du pastel sec, de l'aquarelle et de la gouache. Elle est aussi utilisée sous forme liquide comme le médium à peindre.

+ Photographie: la gomme arabique est aussi employée dans le procédé photographique à la gomme bichromatée.

+ Divers: On en fabrique une encre pour écrire à l'école coranique les versets sacrés sur des ardoises de bois. Les artisans l'utilisent pour certaines teintures.

En Europe:

Aujourd'hui, on trouve souvent la gomme arabique dans le commerce sous forme de poudre. La poudre de gomme arabique est un genre typique de gomme de "*faible viscosité même à grande concentration*". C'est l'émulsifiant naturel, l'agent de glaçage, l'agent de suspension, le stabilisateur, l'adhésif. Dans l'industrie alimentaire, la gomme arabique est principalement utilisée dans la confiserie, la boulangerie, les produits laitiers, les boissons, et comme l'agent de microencapsulation, avec son code E414 (Montenegro et al., 2012 ; Phillips and Williams, 2000).

+ Confiserie et boulangerie: la gomme arabique est utilisée dans une variété de produits, y compris la gomme, les pastilles, les chocolats, et les bonbons. Dans ces produits, la gomme arabique remplit deux fonctions importantes: retarder ou empêcher la cristallisation du sucre, et émulsionner la graisse pour la répartir uniformément dans tout le produit. Dans la boulangerie, la gomme arabique est largement utilisée en raison de ses propriétés d'absorption d'humidité basses. Elle a également des propriétés adhésives favorables à utiliser dans la glace et les meringues, et elle apporte une douceur lorsqu'elle est utilisée comme un stabilisateur d'émulsion. Les propriétés boulangères du blé et des farines de seigle peuvent être améliorées par l'addition d'une petite quantité de la gomme arabique car sa capacité de rétention d'humidité réduit le durcissement du pain.

+ Produits laitiers: la gomme arabique est utilisée comme un stabilisateur pour les produits congelés tels que des glaces en raison de ses propriétés d'absorption de l'eau. Le rôle de la gomme arabique dans ces produits est de provoquer une texture fine en inhibant la formation de cristaux de glace qui est obtenue en combinant une grande quantité d'eau et en le maintenant sous forme d'eau d'hydratation. Son point de fusion élevé est la principale attraction de la glace.

+ Boissons: la gomme arabique est utilisée comme l'émulsifiant dans les boissons telles que les jus d'agrumes, la bière et les boissons à base de cola. Sa capacité à stabiliser les mousses est utilisée dans la fabrication de la bière et des boissons gazeuses. En outre, elle peut être utilisée pour la clarification des vins.

En oenologie, la gomme arabique est utilisée pour stabiliser les matières colorantes des vins rouges et pour réduire les risques de casse cuivrique des vins blancs et rosés. La gomme d'acacia Seyal est moins performante pour la prévention des troubles et dépôts mais permet d'améliorer les qualités organoleptiques du vin (apport de rondeur, diminution de la sensation d'astringence). Lorsque la dose utilisée augmente, on observe une diminution de la puissance aromatique du vin (effet d'adsorption des arômes).

+ Microencapsulation: la solubilité et la faible viscosité de l'émulsion ont facilité l'utilisation de la gomme arabique comme un agent d'encapsulation pour la rétention et la protection des arômes volatils et chimiquement réactifs. Son principal inconvénient est son coût élevé. La gomme arabique est principalement utilisée pour la microencapsulation de la graisse, car elle produit des émulsions stables dans le cas de la plupart des huiles avec une large gamme de pH, et elle a la capacité de former des films.

II-1.2.D. Production et commercialisation de la gomme arabique

En 12 ans, la gomme arabique brute exportée d'Afrique passe de 36.000 à plus de 50.000 tonnes, soit une hausse de 28 %, ce qui ressort bien dans la figure suivante:

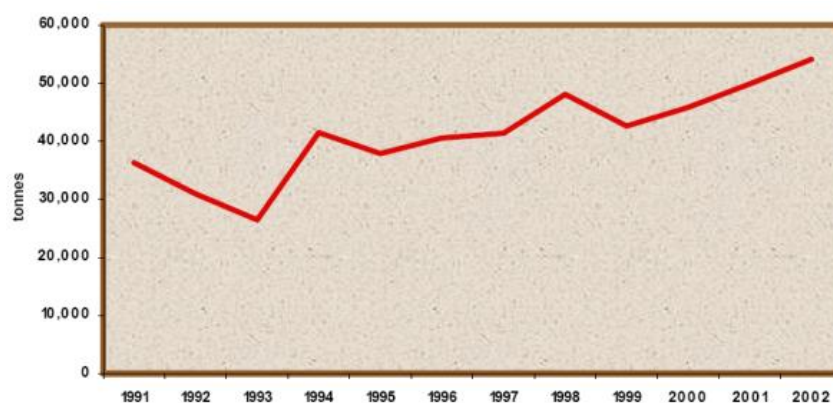


Figure II.2 : Exportation de Gomme Arabique brute d'Afrique (Muller and Okoro, 2004)

Les trois principaux pays producteurs sont le Soudan, le Tchad et le Nigeria, qui couvrent 95% du marché mondial d'exportation de la gomme arabique. Le Soudan dépasse 50 % du marché mondial et le Nigéria atteint 20 %. En dix ans (1991 – 2002), la production du Tchad passe de 10 % à 25 % du marché mondial et ce pays devient le deuxième producteur mondial. Les 5 % restants sont répartis entre les dix autres pays africains.

La France est toujours le leader mondial des pays importateurs et réexportateurs de gomme arabique (Figure II.3).

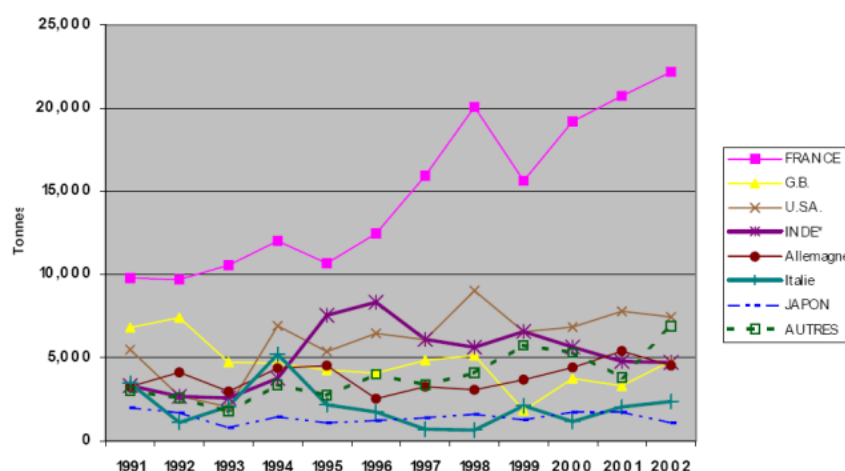


Figure II.3 : Importation de gomme arabique par pays (Muller and Okoro, 2004)

En effet, dans une période de 10 ans, la France vient en tête avec plus de 40% du marché mondial à l'importation (gomme brute), suivie par le Royaume-Uni avec environ 10 % du marché. L'Allemagne et l'Italie se partagent environ 10 % de ce marché. Les Etats Unis, l'Inde et le Japon se partagent 25% de ce même marché. D'autres pays, comme les pays émergents de l'Europe de l'Est, d'Amérique du sud et d'Asie importent de plus en plus de gomme arabique. Le Tchad devient un partenaire important de ces pays émergents dans la consommation de gomme arabique. Il développe des relations commerciales avec plus de 12 pays, alors que le Soudan développe une relation commerciale avec à peu près 30 pays. Le Nigéria avec moins de dix pays reste un peu en retrait dans sa participation commerciale au marché de la gomme arabique.

Les principaux négociants ou industriels liés à la gomme arabique sont localisés en France, au Royaume-Uni, et en Allemagne. Ces trois pays ont réexporté en 2002 plus de 25.000 tonnes de gomme arabique. La France met en marché plus de 48% de la gomme arabique ré-exportée dans le monde, suivie par le Royaume-Uni, l'Allemagne et les U.S.A. Les autres pays européens négocient, en valeur, 5% du marché mondial.

Avec la fluctuation des prix de la gomme arabique brute sur les marchés internationaux, les prix internationaux de la gomme arabique transformée (atomisée) sont soit stables, soit en hausse. Seuls

ces produits élaborés peuvent assurer des prix plus rémunérateurs. Les principaux pays producteurs ont rapidement besoin d'un soutien institutionnel pour développer la recherche sous tous ses aspects en matière de gomme arabique, incluant la production de plants de gommier à forte productivité « gomme », des recherches sur le produit « gomme » lui-même, sur les processus industriels de traitement – atomisation, ainsi que sur une approche du développement du marché local et international de la gomme arabique.

II-1.3. SOJA

II-1.3.A. Histoire du soja

Le soja a été cultivé en Chine depuis plus de 5000 ans, à la fois pour la nourriture et une source de médicaments. En 2853 avant JC, l'empereur Shen-Nung a nommé le soja comme l'un des cinq plantes sacrées, avec le riz, le blé, l'orge et le millet. Avant que le soja ait été utilisé pour une variété de produits alimentaires modernes (sauce de soja, le tempeh, le natto et le miso) il a été utilisé comme un fixateur d'azote naturel pour enrichir le sol (U.S. Soybean Export Council, 2011).



Figure II.4: Soja

Le soja est arrivé en Europe au début du 18e siècle et dans les colonies américaines en 1765, où il a d'abord été cultivé pour le foin. Il a fallu attendre le début du 20e siècle, les chercheurs et les agriculteurs américains ont aperçu le potentiel du soja pour la nourriture, les produits industriels et d'autres utilisations. En 1904, George Washington Carver a découvert que le soja était une source efficace de l'huile et des protéines et il a encouragé les agriculteurs à planter le soja. Dans les années 1940, le soja avait commencé à réaliser son potentiel en tant que culture de rente dans de nombreuses régions agricoles des Etats-Unis.

L'utilisation du soja dans l'alimentation répandit dans tout le continent asiatique au début du dernier millénaire, comme les gens dans chaque région ont développé leurs propres produits uniques basés sur la tradition, le climat et les préférences gustatives locales. Le Natto, par exemple, est un produit composé de soja fermenté qui a été développé il y a au moins 3000 ans au Japon et continue à être populaire dans certaines régions de ce pays aujourd'hui (Riaz, 2006).

II-1.3.B. Production et utilisation du soja

Souvent qualifié de « *plante miracle* », le soja est le premier fournisseur de protéines et d'huile dans le monde. Le soja représente plus de 50% de la production mondiale d'oléagineux (Benabdeljelil, 1999).

Tableau II-3: Production mondiale du soja 2012/13

Pays	Production (Mille tonnes)	Pourcentage
États-Unis	82055	30,66%
Brésil	82000	30,64%
Argentine	51000	19,06%
Chine	12600	4,71%
Inde	11500	4,30%

Paraguay	8350	3,12%
Canada	4930	1,84%
Autre	15171	5,67%
Total	267606	100%

Source: USDA PSD Online Statistics

Tableau II-4: Exportation du soja 2012/13

Pays	Exportation (Mille tonnes)	Pourcentage
Brésil	37900	39,51%
États-Unis	36196	37,74%
Argentine	7800	8,13%
Paraguay	5000	5,21%
Canada	3500	3,65%
Autre	5519	5,75%
Total	95915	100%

Source: USDA PSD Online Statistics

Pour la campagne de commercialisation 2012/13, le monde a produit environ 268 millions de tonnes de soja. Les trois principaux pays producteurs sont les États-Unis, le Brésil et l'Argentine, qui couvrent 80% de production mondiale du soja. Les États-Unis et le Brésil dépassent 30 % et l'Argentine atteint 19 % (Tableau II-3). À propos de l'exportation, le Brésil vient en tête avec environ 40% du marché mondial, suivie par les États-Unis avec environ 38 % du marché (Tableau II-4).

Les modes de consommation de soja dans le monde varient considérablement, avec les régions telles que l'Asie en utilisant le soja principalement dans les aliments traditionnels comme le tofu, le lait de soja, et les produits fermentés. Dans les pays occidentaux, le soja est consommé sous la forme d'ingrédients de protéines de soja raffinés (utilisés dans la transformation des aliments) plus que dans la production de tofu et de lait de soja. En outre, Soyatech, Inc. (Bar Harbor, ME) estime que les pays asiatiques utilisent 95% du soja consommé directement pour l'alimentation humaine dans le monde d'aujourd'hui. La forte consommation en Asie est basée sur les habitudes alimentaires traditionnelles depuis longtemps et les méthodes de production des aliments. Selon les données statistiques 2012/13, la Chine est le pays importateur le plus grande du monde avec environ 63% du marché (Tableau II-5).

Tableau II-5: Importation du soja 2012/13

Pays	Importation (Mille tonnes)	Pourcentage
Chine	59000	62,98%
UE	12000	12,81%
Mexique	3350	3,58%
Japon	2750	2,94%
Taiwan	2400	2,56%

Indonésie	2000	2,13%
Thaïlande	1950	2,08%
Egypte	1650	1,76%
Vietnam	1350	1,44%
Corée du Sud	1100	1,17%
Autre	6128	6,54%
Total	93678	100%

Source: USDA PSD Online Statistics

Dans les pays occidentaux, la consommation de soja comme l'alimentation humaine directe est un phénomène assez nouveau, mais il est de plus en plus accepté et significatif.

Utilisation du soja: Dans toute l'Asie, le soja est utilisé dans une grande variété de produits alimentaires traditionnels et modernes. Par exemple, au Japon, le tofu est le produit de soja consommé le plus populaire, mangé dans presque tous les repas sous une forme ou une autre. De plus, le tofu est utilisé dans les desserts et comme un ingrédient dans les côtelettes et les autres aliments préparés. Le lait de soja, aujourd'hui, fait un retour en force au Japon en raison de l'augmentation d'intérêt dans les aliments et les boissons fonctionnels et de la reconnaissance des qualités nutritives puissantes du soja. Le natto, un produit de soja fermenté, a historiquement été extrêmement populaire au Japon et est consommé quotidiennement par de nombreuses personnes. Le miso, un autre produit de soja fermenté, est aussi consommé quotidiennement par de nombreux Japonais dans la soupe, les sauces à salade et les garnitures alimentaires.



Figure II.5: Quelques produits de soja

En Chine, le tofu est également très populaire, ainsi que le tofu fermenté, le Yuba (la peau de lait de soja séchée), le lait de soja, et une variété de spécialités régionales, y compris les nouilles de soja. En plus, les mélanges de poudre de soja et les protéines de soja isolées deviennent populaires comme les ingrédients alimentaires et dans les mélanges orientés vers le consommateur pour la santé. A Taiwan, l'art de la substitution et l'alternative de viande a atteint de nouveaux sommets avec les produits de soja ressemblant au poisson, à la viande, au poulet. En Indonésie, le tempeh est le produit de soja le plus populaire et est vendu à des milliers de stands et de kiosques d'alimentation dans tout le pays. Dans toute l'Asie, en plus du tofu et les autres produits de soja régionaux, le lait de soja transformé et emballé a augmenté de plus en plus important au cours des années récentes et est devenu un grand commerce à Hong Kong, Corée, Malaisie, Singapour, Thaïlande et Vietnam.

En Europe, la vente du lait de soja et des substituts de viande sont particulièrement forte au Royaume-Uni, qui a une population végétarienne relativement importante. Une large acceptation du lait de soja peut aussi être trouvée en Belgique, où le plus grand producteur de soja du continent se trouve. Dans le reste de l'Europe, le tofu est connu, mais il n'est pas aussi populaire que les substituts de viande et de laiterie.

Aux États-Unis, probablement l'un des marchés les plus intéressants pour les produits de soja s'est développé en raison d'un certain nombre de tendances de soutien, ainsi que d'une forte tradition de «l'américanisation» des aliments étrangers et ethniques. Les produits de soja, en raison de leur haute valeur nutritive et leur faible impact environnemental par rapport à la production laitière et de viande, sont devenus une étoile montante dans le marché alimentaire américain.

II-1.3.C. Composition nutritionnelle du soja

En comparaison de la plupart des principales sources alimentaires d'aujourd'hui, le soja est vraiment une superpuissance nutritionnelle. Il contient la plus grande quantité de protéines de tous les grains et légumes, des quantités substantielles de matières grasses, des hydrates de carbone, des fibres alimentaires, des vitamines, des minéraux, et une véritable pharmacie de composés phytochimiques utiles pour la prévention et le traitement de nombreuses maladies chroniques. La teneur en éléments nutritifs du soja varie largement en fonction de la variété spécifique et des conditions de croissance, mais en général, il contient 35 à 40% de protéines, 15 à 20% de matières grasses, 30% d'hydrates de carbone, 10 à 13% d'humidité, et environ 5% de minéraux et de cendres (Riaz, 2006). Les valeurs nutritionnelles du soja sont exprimées dans le tableau II-6.

Tableau II-6: Valeurs nutritionnelle du soja (par 100g)

Composition	Valeur	Composition	Valeur
Eau	8,5 g	Potassium, K	1797 mg
Energie	416 kcal	Sodium, Na	2,0 mg
Protéine	36,5 g	Zinc, Zn	4,9 mg
Matières grasses (lipides totaux)	19,9 g	Cuivre, Cu	1,7 mg
Acides gras saturés	2,9 g	Manganèse, Mn	2,52 mg
Acides gras mono-insaturés	4,4 g	Sélénium, Se	17,8 µg
Acides gras poly-insaturés	11,3 g	Vitamine C	6,0 mg
Hydrates de carbone	30,2 g	Thiamine (vitamine B1)	0,874 mg
Fibres	9,3 g	Riboflavine (vitamine B2)	0,87 mg
Cendres	4,9 g	Niacine (vitamine B3)	1,62 mg
Isoflavones	200 mg	Vitamine B5	0,79 mg
Calcium, Ca	277 mg	Vitamine B6	0,38 mg
Fer, Fe	15,7 mg	Acide folique	375 µg
Magnésium, Mg	280 mg	Vitamine A	2,0 µg
Phosphore, P	704 mg	Vitamine E	1,95 mg

Source: USDA Nutrient Database for Standard Reference

CHAPITRE II-2.

PROTOCOLES DE TRAITEMENT

Dans cette étude, nous avons réalisé des expériences pour fabriquer la poudre de gomme arabique (GA) et de soja sans ou avec des additifs selon deux procédés distincts: l'atomisation et l'autovaporisation. Les produits finis sont analysés et caractérisés pour accentuer les impacts des conditions opératoires sur leurs propriétés. Les propriétés des produits obtenus par les différentes méthodes sont également comparées en vue de trouver une technique substitutive capable de contrôler et améliorer la qualité de la poudre. Les protocoles de traitement seront mentionnés ci-dessous.

II-2.1. PROTOCOLES DE TRAITEMENT DE LA GOMME ARABIQUE

II-2.1.A. Protocole de traitement de la gomme arabique brute

La poudre de gomme arabique est fabriquée par l'insertion d'une étape de restructuration par DIC dans le protocole classique de broyage (Figure II.6):

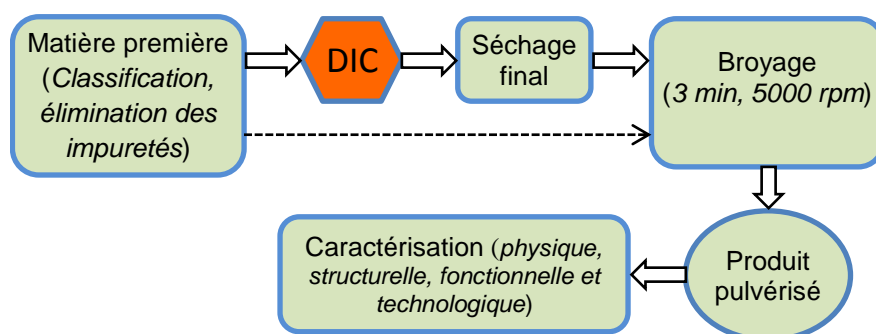


Figure II.6: Protocole de traitement de la gomme arabique brute

Dans cette partie, la gomme arabique brute est classifiée en trois tailles par les tamis avant le traitement. Ce sont la taille inférieure à 1,4mm, entre 1,4-1,7mm et entre 1,7-2mm. Les poudres obtenues à partir de ces trois tailles sont ensuite utilisées pour analyser les impacts des conditions opératoires dans le traitement DIC sur les propriétés du produit. Elles sont également utilisées pour comparer avec les poudres de gomme arabique qui sont fabriquées par les autres méthodes.

II-2.1.B. Protocole de traitement de la gomme arabique atomisée

Une étape de traitement par DIC est insérée dans le protocole d'atomisation classique en vue d'améliorer la qualité de la poudre (Figure II.7). La poudre atomisée traitée par DIC et même la poudre atomisée classique sont caractérisées et comparées avec les poudres broyées sans ou avec le traitement DIC qui sont produites selon le protocole dans la figure II.6.

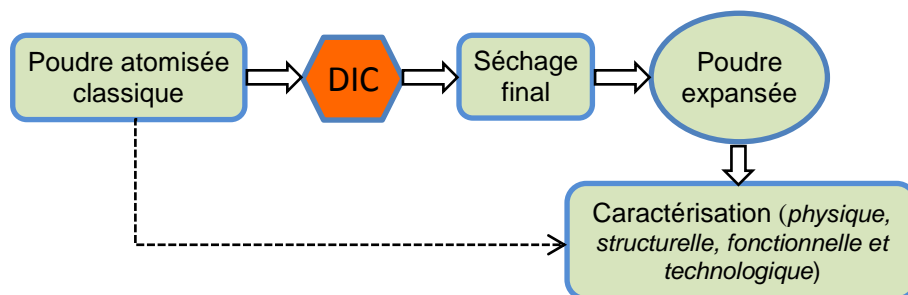


Figure II.7: Protocole de traitement de la gomme arabique atomisée

II-2.1.C. Protocole de fabrication du mélange de la gomme arabique (GA) et la maltodextrine (MD) par atomisation

Le mélange de gomme arabique et de maltodextrine comme un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation est produit par atomisation en vue d'examiner les impacts du taux MD/GA et des conditions opératoires de l'atomiseur sur les propriétés du produit fini. Un taux MD/GA optimum et une température de séchage approprié seront trouvés après avoir optimisés sur le plan de la qualité du produit et de l'efficacité d'énergie de l'atomiseur.

Préparation de la solution : une solution avec la concentration totale 42,5% de matière sèche en masse est préparée en dissolvant 425g de gomme arabique et de maltodextrine dans un litre d'eau distillée. La concentration totale est maintenue constante dans tous les essais et la teneur en maltodextrines (MD) varie de 0% à 50% de matière sèche.

Séchage par atomisation : la solution d'alimentation est introduite dans l'atomiseur APV-PSD52 (Denmark) et pulvérisée grâce à la buse pneumatique avec la pression de l'air comprimé de 6 bar maintenue constante dans tous les essais. La température de l'air entrant (T_e) varie de 160°C à 260°C. La quantité de solution à atomiser est 250mL pour chaque fois. Un chronomètre est utilisé pour mesurer le temps d'atomisation (t) et le débit d'alimentation est calculé selon la formule suivante :

$$\text{Débit d'alimentation} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{250}{t_i}}{n} \quad (\text{mL/s}) \quad (2.1)$$

La température de l'air sortant (T_s) est enregistrée chaque fois et la valeur moyenne est calculée pour chaque échantillon :

$$T_s = \frac{\sum_{i=1}^n T_i}{n} \quad (^\circ\text{C}) \quad (2.2)$$

Les poudres sèches sont récupérées par le cyclone et mises dans les sacs de plastique hermétiques pour les analyses ultérieures.

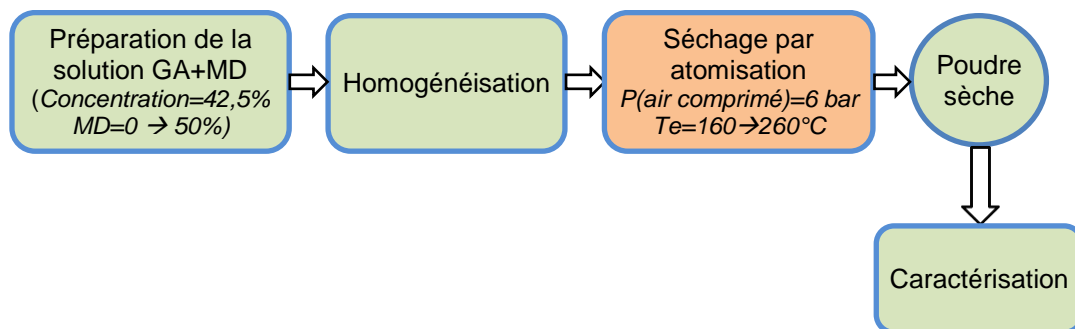


Figure II.8: Protocole de fabrication du mélange de GA et MD

II-2.2. PROTOCOLES DE TRAITEMENT DU SOJA

II-2.2.A. Protocole de fabrication de la poudre de soja par le broyage

La figure II.9 montre le protocole opérationnel utilisé dans les différents essais. Le soja avant et après le traitement DIC est broyé afin d'évaluer les effets du traitement DIC et de comparer avec les poudres de soja fabriquées par les autres méthodes (l'atomisation avec ou sans additifs).

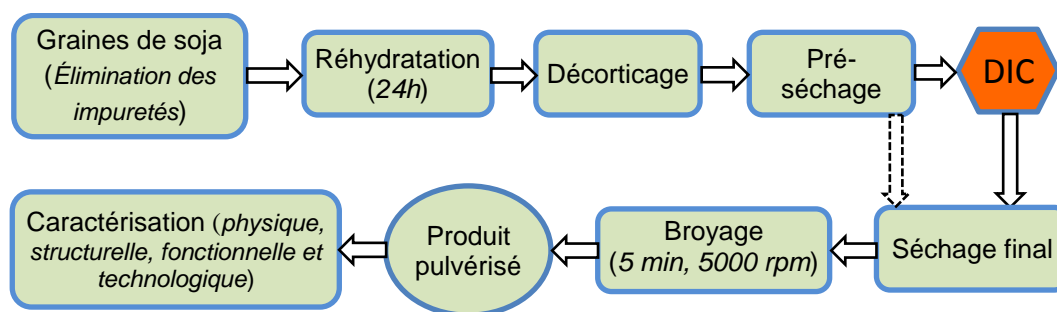


Figure II.9: Protocole de fabrication de la poudre de soja par le broyage

Avant de subir un traitement hydro–thermo–mécanique, sous pression de vapeur d’eau relativement sèche, les sojas décortiqués nécessitent une modification de leur contenu en humidité initiale. Le contenu en humidité a, ainsi, été systématiquement modifié par déshydratation par convection (pré-séchage). Ces sojas sont partiellement séchés dans un séchoir à air chaud assurant un flux d’air très important (vitesse moyenne de 3 m.s^{-1}), à une température $35\text{-}40^\circ\text{C}$. Les produits sont retirés (et souvent homogénéisés à température ambiante) avec une teneur en eau voisine de 9,5% (base sèche).

A la suite du traitement par DIC, une dernière étape du traitement consistait à déshydrater complètement le produit expansé en vue d’améliorer son aptitude vis-à-vis de l’opération de préservation (teneur finale en eau voisine de 5 %).

II-2.2.B. Protocole de fabrication de la poudre de soja par atomisation

La poudre de soja est fabriquée par atomisation selon deux méthodes : d’abord, la poudre de soja seul (sans additif) est produite pour examiner les impacts des conditions opératoires de l’atomiseur sur les propriétés de la poudre ainsi que le coefficient volumique de transfert de chaleur dans la chambre de séchage. Les conditions opératoires optimales seront trouvées en optimisant sur le plan de la qualité du produit et de l’efficacité d’énergie. Ensuite, la poudre de soja sera produite en utilisant la gomme arabique (GA) et la mantodextrine (MD) comme l’aide au séchage aux conditions opératoires optimales trouvées en vue d’évaluer l’effet du taux MD/GA sur les propriétés du produit fini dans la fabrication de la poudre de soja. Ces deux types de poudre de soja atomisée seront comparés avec les poudres broyées qui sont produites selon le protocole dans la figure II.9. Les protocoles de fabrication de la poudre de soja par atomisation sont donnés ci-après.

II-2.2.B.1. Protocole de préparation de la solution de soja

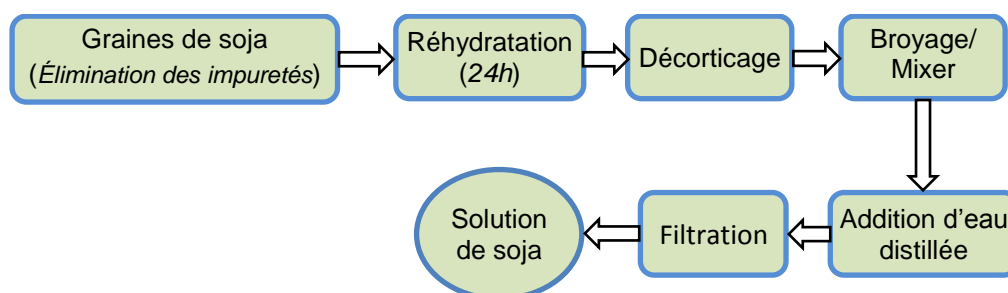


Figure II.10: Protocole de préparation de la solution de soja

Dans tous les deux procédés de fabrication de la poudre de soja par atomisation, la préparation de la solution à atomiser est très importante. D’abord, les graines de soja sont trempées dans l’eau avec un taux 1:4 (500 g dans 2000 ml d’eau) pendant 24 heures à la température ambiante. Les graines de soja gonflées sont décortiquées manuellement. Ces sojas décortiqués sont ensuite broyés avec un taux 1:3 (500g dans 1500 ml d’eau distillée) et filtrés à travers un sac de mousseline. L’humidité de la solution obtenue est mesurée par un analyseur d’humidité Sartorius MA30, Allemagne. Finalement, la concentration de la solution à atomiser est obtenue en ajoutant une quantité d’eau distillée nécessaire.

II-2.2.B.2. Protocole de fabrication de la poudre de soja seul

Préparation de la solution: la solution à atomiser est préparée selon le protocole dans la figure II.10. Environ 500 grammes de soja décortiqué sont utilisés pour chaque essai. La concentration de cette solution varie de 15% à 25% de matière sèche en masse, et cela est réalisé en ajoutant une quantité d'eau distillée pré-calculée.

Séchage par atomisation: utiliser l'atomiseur APV-PSD52 (Denmark) avec une buse pneumatique qui fonctionne sous une pression d'air comprimé constante de 6 bar. La température de l'air entrant est réglée dans une gamme comprise entre 200°C et 280°C. Une quantité de 250 ml de solution d'alimentation est utilisée pour chaque fois.

Le protocole du traitement est représenté dans la figure II.11.

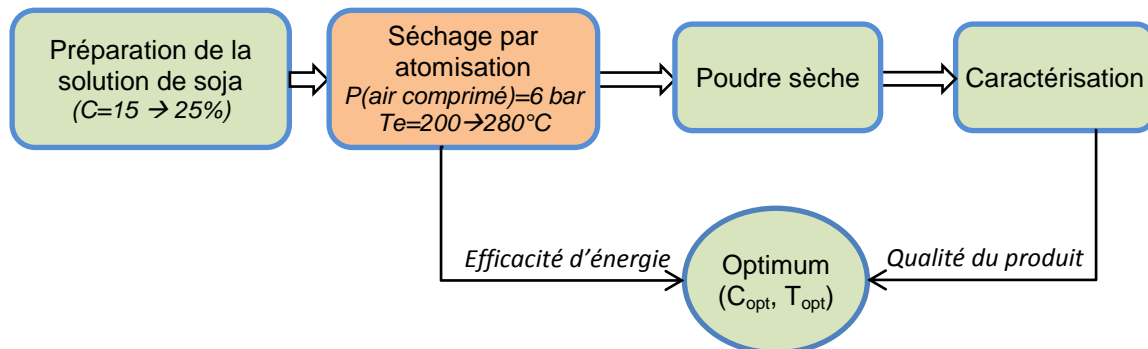


Figure II.11: Protocole de fabrication de la poudre de soja seul

Paramètres à mesurer: au cours de l'atomisation pour chaque échantillon, les paramètres suivants seront déterminés et résumés sous forme d'un tableau d'expérience.

- La température de la solution d'alimentation (T_{p1}) est mesurée par un thermomètre Checktemp 1.
- La densité de la solution est déterminée après avoir mesuré le volume et le poids de la solution.
- Le temps d'atomisation est mesuré chaque fois en utilisant un chronomètre.
- Le débit d'alimentation est calculé selon la formule 2.1.
- La température de l'air sortant (T_s) est enregistrée chaque fois et la valeur moyenne est calculée pour chaque échantillon selon la formule 2.2.
- La température ambiante et l'humidité relative de l'ambiance sont déterminées par un thermomètre Testo 925.
- La masse de la poudre: les poudres sèches sont récupérées par le cyclone, ensuite pesées et mises dans les sacs de plastique hermétiques pour les analyses ultérieures.

II-2.2.B.3. Protocole de fabrication de la poudre de soja avec la gomme arabique et la maltodextrine

Préparation de la solution: la concentration de la solution d'alimentation (C_{opt}) est trouvée après avoir optimisé les conditions opératoires de l'atomiseur dans le processus de fabrication de la poudre de soja seul (Figure II.11), et cette concentration optimale est maintenue constante dans tous les essais. La solution de soja est préparée selon le protocole dans la figure II.10 en utilisant 500 grammes de soja décortiqué pour chaque essai. La quantité de solide dans cette solution représente 80% de la teneur totale en solide dans la solution d'alimentation.

La solution d'alimentation est obtenue en dissolvant dans la solution de soja une quantité de gomme arabique (GA) et de maltodextrine (MD) qui représente 20% de matière sèche, avec la MD varie de 0% à 50%.

Séchage par atomisation: la solution d'alimentation est pulvérisée dans l'atomiseur APV-PSD52 (Denmark) avec une buse pneumatique qui fonctionne sous une pression d'air comprimé constante

de 6 bar. La température de l'air entrant est réglée à la température optimale (T_{opt}) qui a été trouvée dans le protocole de fabrication de la poudre de soja seul (Figure II.11). Une quantité de 250 ml de solution d'alimentation est utilisée pour chaque fois.

Le protocole du traitement est donné dans la figure II.12.

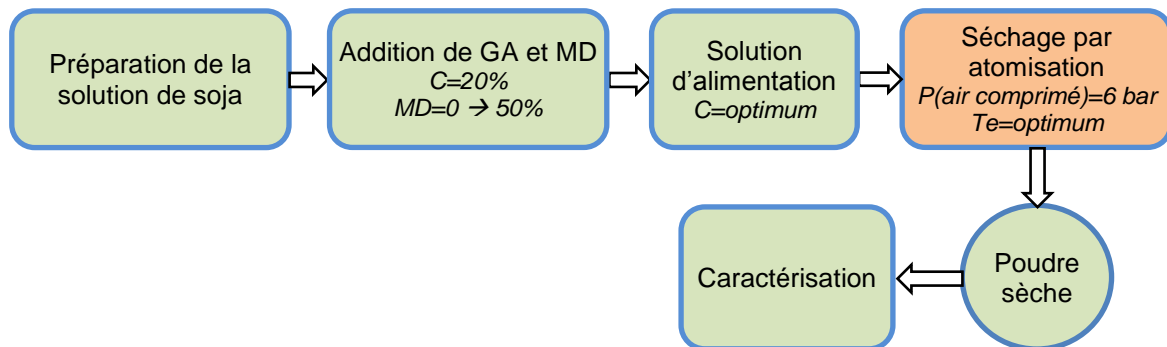


Figure II.12: Protocole de fabrication de la poudre de soja avec la GA et la MD

Paramètres à mesurer ressemblent aux paramètres dans le protocole de fabrication de la poudre de soja seul (rubrique II-2.2.B.2).

II-2.3. TRAITEMENT PAR DIC

II-2.3.A. Description de l'équipement DIC

La disposition générale du réacteur DIC (Allaf and Vidal, 1988; Allaf et al., 1995) comporte quatre parties principales (Figure II.13):

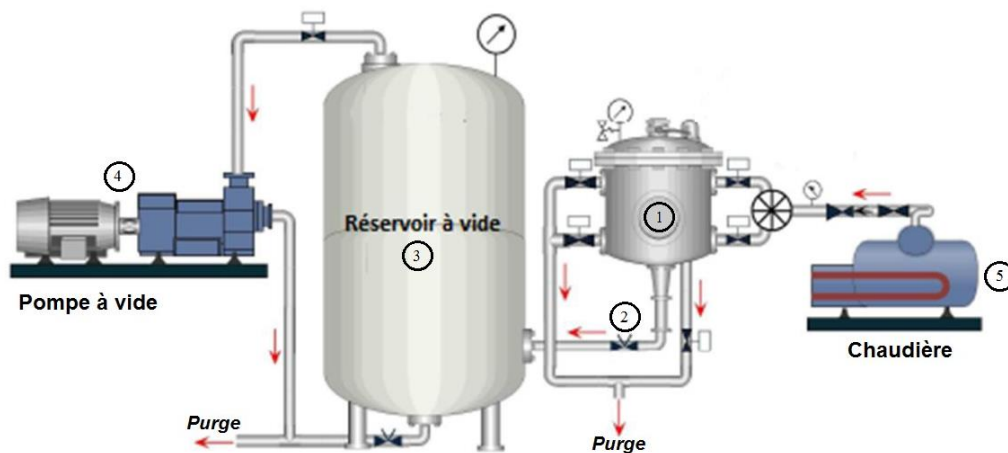


Figure II.13: Présentation schématique du réacteur DIC utilisé: (1) Chambre de traitement; (2) valve de détente abrupte; (3) Réservoir à vide; (4) Pompe à vide; (5) Chaudière

- Une chambre de traitement dans laquelle les produits sont traités à haute température / haute pression de vapeur (jusqu'à 10 bars). Elle est de forme cylindrique de 22 cm de diamètre et de 12 litres de volume.
- Un système à vide: une pompe à vide à anneau liquide de 4 kW (HIBON, France) permet d'établir un niveau de vide voisin de 4 kPa dans un grand réservoir de volume de 1600 litres soit 130 fois supérieur à celui de la chambre de traitement. Ce réservoir à vide est muni d'une double enveloppe, ce qui permet, par circulation d'un fluide de refroidissement, de contribuer à l'instauration du vide dans ce réservoir; le niveau de vide minimum pouvant ainsi atteindre 2,5 kPa.
- Un système de connexion: La chute abrupte de pression (*détente instantanée*) est assurée grâce à une connexion à ouverture très rapide entre la chambre de traitement et le réservoir à

vide. Il s'agit d'une vanne sphérique électropneumatique de 200 mm de diamètre, ce qui permet d'obtenir la chute de pression vers le vide en une durée inférieure à 100 ms.

- Un système de capteurs, d'acquisition, de stockage, de traitement des résultats et de commande automatique: Un système de capteurs, de cartes électroniques et de logiciel d'acquisition permet l'acquisition et le stockage des données sur un ordinateur. Le paramétrage et le fonctionnement sont gérés par un boîtier d'automate programmable.

II-2.3.B. Principe de la Détente Instantanée Contrôlée (DIC)

La détente instantanée contrôlée (DIC) est un traitement de type HTST (Haute température courte durée) qui consiste à faire subir à un produit partiellement humide (en général l'humidité voisine de 30% base sèche) une pression de vapeur ($P < 10$ bars) à haute température (inférieure à 180°C) durant une courte durée (inférieure à la minute) suivie d'une chute abrupte de pression vers le vide ($3\text{--}5\text{ kPa}$, Δt de $20\text{--}200\text{ ms}$). Cette chute de pression est caractérisée par une très grande vitesse ($\Delta P/\Delta t > 2,5 \cdot 10^5\text{ Pa s}^{-1}$).

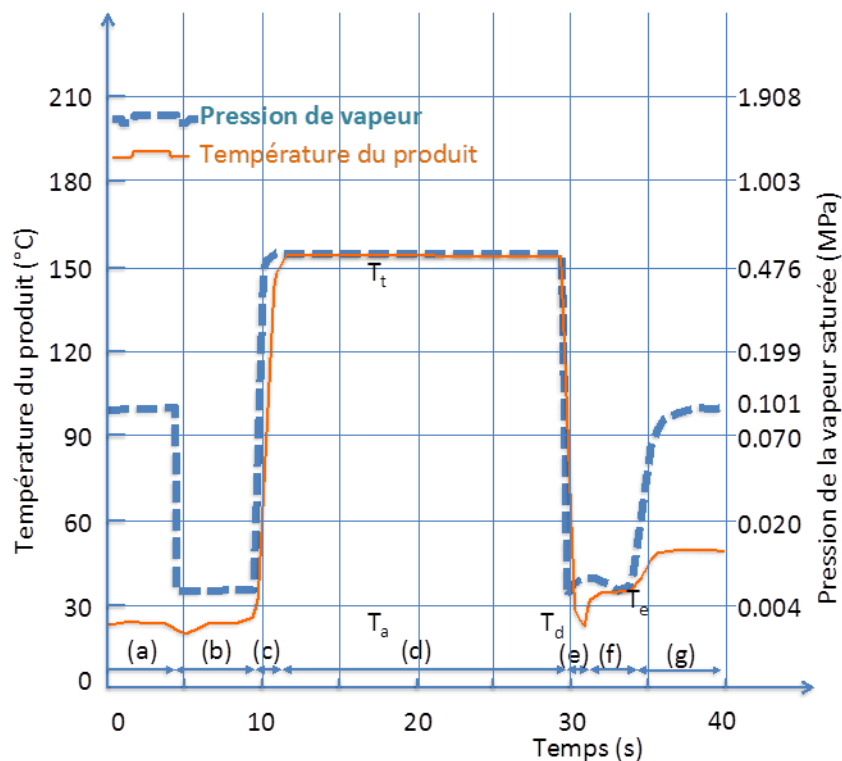


Figure II.14: Evolution de la température et de la pression lors d'un traitement DIC:

(a) Mise du produit dans l'enceinte de traitement sous pression atmosphérique ; (b) Instauration d'un vide initial ; (c) Injection de vapeur saturée ; (d) Maintien de la pression de vapeur saturée et température de traitement constante ; (e) Détente abrupte vers le vide ; (f) Maintien du vide ; (g) Retour à la pression atmosphérique.(Allaf et al., 2012).

La DIC comporte généralement les principales étapes techniques suivantes:

Mise sous vide:

Il s'agit de connecter l'enceinte au système de pompage sans pour autant chercher à ce que cette mise sous vide ne soit impérativement instantanée. Le pompage direct de l'enceinte de traitement est alors moins coûteux en énergie mécanique qu'une ouverture de la vanne de connexion avec le réservoir à vide.

Injection de la vapeur:

Instaurer une pression de vapeur d'eau, pour assurer en quelques secondes une température maîtrisée du produit ($T < 200^\circ\text{C}$, $P < 2\text{ MPa}$) maintenue durant quelques secondes ou dizaines de

secondes.

Détente instantanée vers le vide:

Instaurer un passage ultra-rapide (<100 ms), du système vers le vide. Ce passage réalisé en quelques millièmes ou centièmes de seconde assure un refroidissement du produit qui perd par autovaporisation une partie de son eau; l'induction éventuelle d'un "soufflage" parfaitement maîtrisé (expansion) du produit est alors possible.

Remise à la pression atmosphérique:

Cette étape peut être utilisée pour assurer un refroidissement encore plus intensifié de la matière à travers un flux fin d'air extérieur dont la détente (instantanée) ainsi réalisée permet sa propre chute de température; le flux d'air implique le refroidissement de la surface de la matière par contact et par évaporation éventuelle d'une quantité supplémentaire résiduelle d'eau du produit.

II-2.3.C. Protocole de traitement DIC

Le traitement DIC dans nos expériences implique quatre étapes principales:

- Étape 1: Instauration d'un vide initial (approximativement 5 kPa). Lors de cette étape, une quantité d'échantillon est soumise à un vide primaire.
- Étape 2: Instauration de haute pression de vapeur / haute température. Au cours de cette étape, le produit est exposé à la pression de vapeur pendant un temps de traitement.
- Étape 3: Détente instantanée vers le vide (par la chute abrupte de pression $\Delta P/\Delta t > 5.10^5$ Pa.s⁻¹) qui implique une auto-vaporisation partielle de l'eau, ce qui induit une texturation et un refroidissement instantané des échantillons.
- Étape 4: Un retour à la pression atmosphérique.

La masse d'échantillon, la pression de vapeur et le temps de traitement DIC pour chaque échantillon sont données dans le tableau suivant:

Tableau II-7: La masse d'échantillon, la pression et le temps de traitement DIC

Echantillon	Masse d'échantillon (g)	Pression de vapeur (MPa)	Temps de traitement (s)
Gomme arabique atomisée	60	0,05 → 0,26	11 → 40
Gomme arabique en morceaux	60	0,2 → 0,7	20 → 120
Soja décortiqué	100	0,2 → 0,7	20 → 120

II-2.4. OPERATION DE SECHAGE

Dans notre étude, les opérations de séchage sont séparées en deux parties avec les différentes missions: séchage avant et après le traitement DIC, et séchage par atomisation.

Premièrement, les opérations de séchage interviennent en vue de déshydrater partiellement la matière première dans le traitement DIC (pré-séchage). Le traitement par DIC peut être considéré comme le moyen d'intensifier le séchage dès que la cinétique de déshydratation devient particulièrement faible en raison de la structure devenant particulièrement compact. A la suite du traitement DIC, la deuxième étape de séchage (séchage final) jusqu'à atteindre la teneur en eau appropriée pour le stockage. Qu'elle soit de type pré – séchage ou séchage final, nous avons adopté la méthode de séchage par convection à l'aide d'un courant d'air chaud. Nous avons principalement utilisé une étuve de type MEMMERT GmbH & Co KG (modèle 800, SCHWABACH ALLEMAGNE) dans laquelle la ventilation est assurée par un flux d'air sec préalablement comprimé dont la température est réglée à l'aide d'une série de résistances situées le long des parois.

Deuxièmement, l'opération de séchage par atomisation est réalisée en vue de produire les poudres de la gomme arabique et du soja qui servent à comparer avec les poudres fabriquées par DIC et à examiner les impacts des conditions opératoires de l'atomiseur sur les propriétés du produit fini. Dans cette étude, nous avons utilisé un sécheur par atomisation APV – PSD 52, DENMARK. La description de ce sécheur par atomisation est présentée ci-dessous.

II-2.4.A. Description du sécheur par atomisation APV-PSD 52



Figure II.15: Sécheur par atomisation APV-PSD 52 dans notre laboratoire

Les spécifications du sécheur APV-PSD 52 :

- La température maximale de l'air entrant : 350 °C
- La capacité d'évaporation maximale à la température de l'air entrant/sortant de 350/90°C : 9,3 kg/h
- La vitesse de l'atomiseur rotatif, variable jusqu'à 50000 tr/min
- L'alimentation électrique : 14 kW
- Le réchauffeur d'air électrique : 12 kW
- La consommation d'air comprimé maximale : 120 L/min
- La pression minimale de l'air comprimé : 4 kg/cm²
- Le débit d'air volumétrique du ventilateur d'extraction : 125 m³/h

Le schéma du dispositif expérimental du sécheur par atomisation APV-PSD 52 est représenté dans la figure II.16.

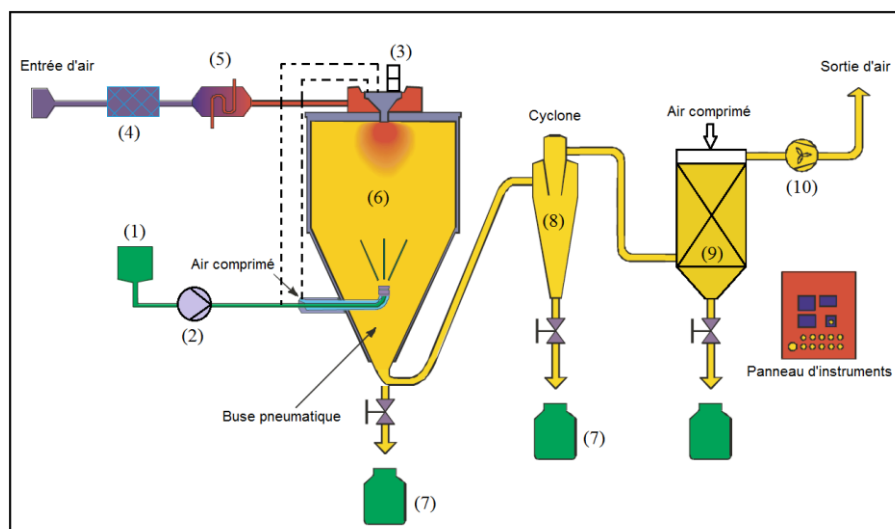


Figure II.16: Schéma du dispositif expérimental du sécheur APV-PSD 52

- (1) – Bac d'alimentation de la solution pompable à atomiser
- (2) – Pompe d'alimentation périlstatique, réglable de 0,4 à 13 l/h
- (3) – Turbine centrifuge de pulvérisation (atomiseur rotatif): vitesse de rotation réglable de 0-50000 tr/min. La turbine permet de former un brouillard à partir du liquide pompé.
- (4) – Filtre à particules sur l'arrivée en air frais d'une surface de 0,092 m²
- (5) – Résistances chauffantes assurant le chauffage de l'air frais entrant (12 kW)
- (6) – Chambre d'atomisation cylindro-conique de diamètre 1 m
- (7) – Réservoir de récupération de la poudre
- (8) – Cyclone de récupération des fines avec capteur de température de l'air en sortie
- (9) – Filtration de l'air de sortie alimenté par l'air comprimé afin de nettoyer les filtres
- (10) – Ventilateur d'extraction de l'air: débit de 125 m³/h

II-2.4.B. Principe de fonctionnement du sécheur APV-PSD 52

Dans toutes nos expériences, la buse pneumatique a été utilisée. La pression de l'air comprimé peut être réglée par un filtre régulateur, et elle est maintenue constante à 6 bar.

D'abord, une quantité de 250 ml de solution à atomiser est mise dans le bac d'alimentation (1). La solution est ensuite pulvérisée dans la chambre d'atomisation (6) par un flux d'air comprimé à travers une buse pneumatique. La pulvérisation permet d'augmenter la surface d'échange entre le liquide et l'air chaud afin d'accroître les débits de transfert de chaleur et de masse.

L'air frais est nettoyé par un filtre (4), et ensuite chauffé au travers d'une résistance électrique (5). Une régulation PID (régulateur Omron placé sur l'armoire électrique) permet de réguler la température de l'air entrant (T_e) en régulant la puissance électrique fournie à la résistance (5). L'air chaud est introduit dans la chambre d'atomisation (6) où il entre en contact avec les gouttelettes. L'air chaud transmet sa chaleur et se charge en humidité. Le produit ainsi séché se retrouve sous forme de poudre, par gravité il est récupéré au fond de la chambre d'atomisation. Les particules plus fines qui sont entraînées par le courant d'air sont récupérées dans le cyclone (8). L'air passe ensuite par le filtre (9) avant d'être extrait par le ventilateur (10) vers l'extérieur.

II-2.5. OPERATION DE BROyage

Dans notre étude, les produits en morceaux tels que les gommés arabiques et les sojas décortiqués avant et après le traitement DIC sont mis en poudre à l'aide d'un broyeur à couteaux de laboratoire (RETSCH, modèle Grindomix GM 200) à 5000 tours par minute et pendant de 3 à 5 minutes. Les poudres broyées seront ensuite comparées avec les poudres fabriquées par atomisation.

CHAPITRE II-3.

CARACTÉRISATION PLURIDIMENSIONNELLE DES POUDRES ET COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR VOLUMETRIQUE DANS L'ATOMISEUR

II-3.1. CARACTÉRISATION PLURIDIMENSIONNELLE DES POUDRES

La caractérisation des poudres de gomme arabique et de soja est effectuée aux divers plans physique, structurel – textural, fonctionnel et technologique pour comparer des propriétés des produits finaux dans les différentes conditions de traitement et étudier les impacts des conditions de traitement sur les propriétés de la poudre. L'amélioration et le contrôle de qualité des poudres se basent sur ces propriétés. L'ensemble des paramètres étudiés dans le cadre du présent travail est résumé dans le tableau suivant.

Tableau II-8: Différentes caractérisations des poudres

	Caractérisation	Symbole	Unité
Physique	Masse volumique apparente simple	ρ_a	kg.m ⁻³
	Masse volumique apparente tassée	ρ_p	kg.m ⁻³
	Masse volumique intrinsèque	ρ_{int}	kg.m ⁻³
	Taux de remplissage		rapport
Coulabilité	Compressibilité		%
	Cohésivité “indice de Hausner”		rapport
Structurelle	Porosité	ϵ	rapport
	Volume de l'air interstitiel	V_{ai}	cm ³
	Distribution de taille des particules (Granulométrie)		
	Diamètre moyen surface-volume (Granulométrie)	d_{sv}	µm
Interaction eau/huile - matière	Teneur en eau		% (g/100g m.s.)
	Indice de mouillabilité	IM	s (second)
	Capacité de rétention d'eau	WHC	g eau/ g poudre
	Capacité de rétention d'huile	OHC	g huile/g poudre
	Sédimentation		mL
Technologique	Cinétique de séchage		

Les caractérisations des échantillons ont été effectuées après le refroidissement et le stockage aux conditions ambiantes dans un sac hermétique afin d'assurer une bonne homogénéisation de la poudre. Les méthodes qui ont été utilisées pour déterminer ces paramètres sont présentées d'une façon détaillée ci-dessous.

II-3.1.A. Mesure de la masse volumique apparente simple

La mesure de la masse volumique apparente est d'une grande utilité de l'industrie alimentaire pour ajuster les conditions de stockage, de transformation, d'emballage et de distribution. En particulier,

la masse volumique apparente est l'une des propriétés utilisées comme une partie des spécifications pour un certain produit final issu du broyage ou du séchage.

La masse volumique apparente simple (aerated bulk density) est, en termes pratiques, la densité à laquelle la poudre est dans sa forme la plus lâche. La masse volumique apparente simple ρ_a (kg/m³) est calculée à partir du volume occupé par une masse donnée de poudre.

II-3.1.B. Mesure de la masse volumique apparente tassée

La masse volumique apparente tassée (packed bulk density), comme son nom l'indique, est la densité apparente d'une poudre qui a été installée dans une forme plus serrée que celle étant initialement versée en tapant, secouant ou vibrant le récipient de mesure. Les particules ont été réarrangées par cette vibration et le remplissage des vides dans la structure.

La masse volumique apparente tassée ρ_p (kg/m³) est obtenue à la suite de 1000 saccades successives (à l'aide d'un analyseur de densité tassée - Autotap Quantachrome) en vue d'arranger la poudre à un certain degré pré-établi d'une façon uniforme.

II-3.1.C. Mesure de la masse volumique intrinsèque

La masse volumique intrinsèque ou réelle ρ_{int} (kg/m³) concerne la matière proprement dite. Elle est déterminée à l'aide d'un pycnomètre à hélium (AccuPyc 1330) à 25°C.

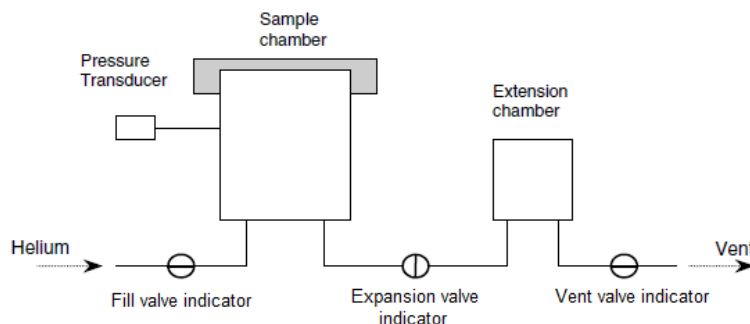


Figure II.17: Diagramme schématisé du pycnomètre à hélium.

La méthode pycnométrique utilisée repose sur la mesure du volume de fluide déplacé par l'échantillon à une température constante. Le volume de l'échantillon est calculé à partir de la variation de pression observée qu'un gaz subit lorsqu'il s'expande d'une chambre contenant l'échantillon à une autre chambre sans échantillon. Le diagramme schématisé du pycnomètre à hélium est exprimé dans la figure II.17. Le système se compose de deux chambres, un capteur de mesure de pression et trois vannes.

II-3.1.D. Détermination du taux de remplissage

Le taux de remplissage est défini comme un rapport de la masse volumique apparente tassée (ρ_p) à la masse volumique intrinsèque (ρ_{int}).

$$\text{Taux de remplissage} = \frac{\rho_p}{\rho_{int}} \quad (2.3)$$

II-3.1.E. Détermination de la compressibilité

Les poudres alimentaires peuvent être compactées en tapant ou par compression mécanique. Ces processus peuvent se produire involontairement en raison de la manipulation ou du transport, ou intentionnellement comme en fabriquant des comprimés ou lors de l'opération d'agglomération. Dans l'industrie alimentaire, la compression involontaire est normalement indésirable, tandis que les activités visant à obtenir des formes définies sont généralement exigées dans certains processus industriels. Un aspect indésirable très fréquent de la compressibilité est son influence négative sur la coulabilité. Pour la technologie des poudres, une grande attention a été accordée au comportement

général des poudres sous une contrainte de compression (Peleg, 1977).

La compressibilité (%) est calculée à partir de la masse volumique apparente simple (ρ_a) et tassée (ρ_p) selon la formule de CARR (Carr, 1965):

$$\text{Compressibilité}(\%) = \frac{\rho_p - \rho_a}{\rho_p} = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_p} \quad (2.4)$$

II-3.1.F. Détermination de la cohésivité “indice de Hausner”

La coulabilité des poudres alimentaires concernent de nombreuses opérations industrielles telles que la production, le stockage, le transport et le traitement de poudre. Dans un sens général, la coulabilité de la poudre est au sujet du mouvement de poudres. Les poudres alimentaires sont généralement très cohésives car elles contiennent généralement des protéines/peptides, des sucres/hydrates de carbone, des graisses/ lipides, des minéraux et autres composants biologiques. Une des méthodes normalisées pour évaluer la coulabilité d'un système de particules est de calculer l'indice de Hausner après avoir tapé.

L'indice de Hausner est défini comme un rapport de la masse volumique tassée (ρ_p) à la masse volumique apparente simple (ρ_a) (Hayes, 1987):

$$\text{Indice de Hausner} = \frac{\rho_p}{\rho_a} \quad (2.5)$$

Hayes (1987) a également défini les différentes gammes de l'indice de Hausner pour caractériser la coulabilité de la poudre comme ci-dessous:

Tableau II-9: Classification des poudres en fonction de l'indice de Hausner (selon Hayes, 1987)

Classe d'écoulement	Indice de Hausner
Poudre libre (free poder)	1,0 à 1,1
Écoulement moyen (médium flowing)	1,1 à 1,25
Écoulement difficile (difficult flowing)	1,25 à 1,4
Écoulement très difficile (very difficult flowing)	> 1,4

II-3.1.G. Détermination de la porosité

La porosité est directement liée à la masse volumique apparente. La masse volumique apparente est la masse des particules qui occupe un volume unitaire d'un lit, tandis que la porosité est définie comme étant le volume des vides au sein du lit, divisé par le volume total du lit. La porosité ε est calculée selon la formule suivante (Barbosa-Cánovas et al., 2005):

$$\varepsilon = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_{int}} \quad (2.6)$$

II-3.1.H. Détermination du volume de l'air interstitiel

La teneur de l'air interstitiel est définie comme la différence entre le volume d'une masse donnée des particules et le volume de la même masse de la poudre tassée. Le volume de l'air interstitiel dans 100g de poudre, exprimé en cm^3 , est déterminé selon la méthode NIRO (Niro Atomizer, 1978) :

$$V_{ai} = 10^5 \left(\frac{1}{\rho_p} - \frac{1}{\rho_{int}} \right) \quad (2.7)$$

II-3.1.I. Analyse de la granulométrie

La taille des particules est sans doute le paramètre le plus recherché d'une poudre, tant pour la prédiction de son comportement que pour le calcul des opérations qui la mettent en oeuvre : stockage, écoulement, séparation, fluidisation, échange thermique, réactions chimiques, dispersion, dissolution, etc.

L'analyse granulométrique d'une poudre consiste à déterminer la taille d'un ensemble significatif et représentatif de particules, puis à présenter les résultats obtenus sous la forme d'une distribution de taille des particules, généralement sous forme d'un histogramme.

Dans notre cas, la granulométrie est réalisée à travers la distribution statistique de tailles des particules, grâce à un système vertical de tamisage à vibration ANALYSETTE 3 PRO Fritsch (Idar-Oberstein, Allemagne) en utilisant environ 100g de poudre représentative avec une amplitude de 2,5 et une durée de 5 minutes. Les tamis de 40, 50, 71, 100, 140, 200, 280, 400, 560, 600, 800 μm et une balance Sartorius CP2202S (Allemagne) avec une précision de 0,01 gramme ont été utilisés. Nous adoptons l'identification de la granulométrie des poudres selon la valeur inférieure:

Limites de tamisage (μm)	40 μm	50 μm	71 μm	100 μm	140 μm	200 μm	280 μm	400 μm	560 μm	600 μm	800 μm
Identification	40	50	71	100	140	200	280	400	560	600	800

En pratique, les poudres sont composées de particules solides présentant une hétérogénéité de taille et de forme (sphérique, angulaire, aiguille, filiforme, fractale, etc.). C'est pourquoi, la taille des particules est représentée par un diamètre équivalent. Le diamètre moyen surface-volume est le diamètre équivalent d'une sphère ayant le même rapport surface/volume que la particule et peut être calculé à partir de l'expression (Saleh and Guigon, 2009):

$$d_{sv} = \frac{d_p^3}{d_s^2} = \frac{100}{\sum \frac{f_i}{d_i}} \quad (2.8)$$

Avec f_i - pourcentage massique de solide dans la classe granulométrique i

d_i - diamètre moyen de cette même classe.

II-3.1.J. Mesure de la teneur en eau

La teneur en eau, exprimée en g/100g de matière sèche, est déterminée par la méthode de dessiccation à l'aide d'une balance infrarouge Sartorius MA30. Pour l'étalonnage, la teneur en eau est mesurée à l'aide d'une déshydratation dans une étuve maintenue à 105°C pendant 24 heures.

II-3.1.K. Mesure de l'indice de mouillabilité

Les poudres alimentaires obtenues par les procédés de séchage sont normalement reconstituées pour la consommation. Les propriétés d'instantanéité des poudres alimentaires sont des propriétés les plus désirables et importantes pour les fast-foods et les boissons. En plus, la plupart des poudres alimentaires sont incorporées comme les ingrédients dans une sorte de formulation humide. Les propriétés de reconstitution de la poudre alimentaire ont un rôle décisif dans la production de ces formulations humides.

L'indice de mouillabilité est défini comme le temps en secondes nécessaire pour que toutes les particules d'un échantillon de poudre deviennent mouillées (s'enfoncer sous la surface de l'eau) lorsqu'elles sont placées sur la surface de l'eau à une température spécifiée.

Dans cette étude, l'indice de mouillabilité de la poudre a été déterminé selon la méthode décrite par A/S Niro Atomizer (1978) avec quelques modifications. Une quantité d'eau distillée (100 ml) à

25 °C est versée dans un bécher de 400 ml (diamètre 70mm). Un entonnoir en verre (hauteur 100 mm, diamètre inférieur 40 mm, diamètre supérieur 90 mm) est placé de sorte qu'il repose sur le bord supérieur du bécher. Un tube à essai est placé à l'intérieur de l'entonnoir pour bloquer l'ouverture inférieure de l'entonnoir. Une quantité de 3 g d'échantillon de poudre est placée autour du tube à essai, puis le tube est soulevé alors que le chronomètre est lancé en même temps. Enfin, le temps est enregistré quand la poudre est complètement mouillée (évaluée visuellement dès que toutes les particules de poudre ont été pénétrées par l'eau). La mesure est réalisée au moins 2 fois pour chaque échantillon et jusqu'à ce que la différence relative entre les deux résultats ne dépasse pas 20%.

II-3.1.L. Mesure de la capacité de rétention d'eau

La capacité de rétention d'eau (WHC) est une importante interaction protéine-eau qui se produit dans les différents systèmes alimentaires. WHC est la capacité d'une matrice de protéine à absorber et retenir l'eau liée, hydrodynamique, capillaire, et physiquement piégé contre la gravité (Damodaran and Paraf, 1997). La détermination de la capacité de rétention d'eau de l'aliment à base de protéines est de la plus haute importance pour l'industrie alimentaire, à la fois dans la commercialisation de produits existants et dans le développement de nouveaux produits. La capacité de rétention d'eau détermine non seulement l'acceptabilité d'un produit alimentaire donné (texture, jutosité, sensation en bouche), mais aussi la marge de profit (Barbut, 1996).

La capacité de rétention d'eau (WHC) dans notre cas est déterminée en utilisant des méthodes modifiées à partir de Heywood et al (2002) et Traynham et al (2007). Une quantité de 2,5 grammes d'échantillon de poudre est dispersée dans 10 mL d'eau distillée dans un flacon de centrifugeuse de 30 mL. Les flacons sont agités, et laissés en repos pendant 45 min à température ambiante, puis centrifugés à la vitesse ACR 1200 pendant 30 min avec la centrifugeuse SIGMA 3K15 (fabriqué en Allemagne). Après la décantation du surnageant, chaque flacon est pesé et la WHC (g d'eau / g de poudre) est calculée comme suit:

$$WHC = \frac{[(m_{\text{après}} - m_{\text{avant}}) - m_{\text{poudre}}]}{m_{\text{poudre}}} \quad (2.9)$$

Avec : $m_{\text{après}}$ - Masse du flacon après la décantation (g)

m_{avant} - Masse du flacon sec (g)

m_{poudre} - Masse totale de la poudre (g)

II-3.1.M. Mesure de la capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile (OHC) d'un produit alimentaire à base de protéines est régie par la structure de la matrice de protéine (la taille de brin, la taille des pores) ainsi que le type de graisse et sa distribution (la taille des gouttelettes de graisse, l'insertion / l'absence d'un agent émulsifiant). Les interactions entre les protéines et l'huile sont également très importantes, car elles peuvent influencer sur la structure de gel ainsi que la distribution et / ou l'émulsification de la matière grasse (Barbut, 1996).

Afin de mesurer la capacité de rétention d'huile, les deux grammes (m_0) d'échantillon de poudre ont été ajoutés à un flacon de centrifugeuse de 30 ml qui est pré-pesé (m_1) et soigneusement mélangés avec 20 ml d'huile de tournesol en utilisant un mélangeur Vortex. Les échantillons ont été laissés au repos pendant 30 min. Ensuite, le mélange a été centrifugé à la vitesse ACR 1200 pendant 30 min grâce à la centrifugeuse SIGMA 3K15 (fabriqué en Allemagne). Immédiatement après la centrifugation, le surnageant a été soigneusement éliminé, et le poids des flacons avec des échantillons a été enregistré (m_2). la OHC (g d'huile / g de poudre) est calculée comme suit:

$$OHC = \frac{[(m_2 - m_1) - m_0]}{m_0} \quad (2.10)$$

II-3.1.N. Analyse de la sédimentation

La sédimentation est tout simplement le processus où les matières en suspension sont laissées se déposer sous l'action de la pesanteur, habituellement dans l'eau ou une solution aqueuse. La valeur de sédimentation est déterminée selon la procédure modifiée de NAEGA (2008): Une quantité d'échantillon de poudre (1,3 g) est pesée et transférée dans une éprouvette graduée de 25 ml. L'eau distillée (20 ml) est ensuite ajoutée à l'éprouvette et le mélange est agité pendant 5 minutes avec le temps d'intervalle de 30 secondes grâce à un agitateur Vortex (Rotolab OSI). Immédiatement après l'agitation, l'éprouvette est maintenue en position verticale et le volume de sédimentation (exprimé en millilitre) est enregistré après 10 min, 20 min, 30 min, 40 min, 50 min et 60 min.

II-3.1.O. Analyse de la cinétique de séchage

La cinétique de séchage, $W = f(t)$, a été réalisée manuellement à l'aide d'un sécheur convectif indépendant du réacteur DIC. L'opération de séchage s'est opérée par balayage d'un flux d'air sec à 40°C, 50°C et 60°C. Une quantité d'environ 2 – 3 g d'échantillon a été utilisée. Au cours de séchage, les échantillons ont été pesés à intervalles de temps réguliers. Le poids de l'échantillon a été enregistré toutes les 5 minutes (le temps d'intervalle) pendant 30 premières minutes, puis à 40, 50, 60, 75, 90, 110, 130, 150, 180, 210 et 240 minutes.

II-3.2. COEFFICIENT DE TRANSFERT DE CHALEUR VOLUMÉTRIQUE DANS L'ATOMISEUR

Dans le domaine du séchage, le coefficient de transfert de chaleur est un paramètre important pour prévoir, concevoir et choisir un type de sécheur. Il reflète la capacité de transfert de chaleur et de masse entre le produit de séchage et l'air chaud. Dans les sécheurs à lit fixe, en mouvement ou en suspension (lits fluidisés, séchoirs rotatifs) et le séchage par atomisation, l'aire interfaciale réelle participant au transfert de chaleur et de masse est inconnue. Dans de tels cas, il convient de définir des coefficients de transfert volumétriques pour le transfert de chaleur h_v (kJ/m³ h K).

$$h_v = \frac{Q}{V_{ol} \cdot \Delta T_{log}} \quad (2.11)$$

Avec :

V_{ol} – Volume de la chambre de séchage, avec le sécheur APV-PSD 52: $V_{ol} = 1,1$ (m³)

Q – Quantité de chaleur reçue par le produit de séchage (kJ/h)

$$Q = Q_{evp} + Q_{poudre} \quad (2.12)$$

Q_{evp} - Chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau, selon Masters (1991):

$$Q_{evp} = W(\lambda + C_{pv} \cdot T_{a2} - C_{pw} \cdot T_{p1}) \quad (2.13)$$

Q_{poudre} – Chaleur nécessaire pour le chauffage de la poudre:

$$Q_{poudre} = G_{p2} \cdot C_{p2} (T_{p2} - T_{p1}) \quad (2.14)$$

λ – Chaleur latente de vaporisation de l'eau à 0°C, $\lambda = 2500$ kJ/kg

C_{pv} – Capacité thermique de la vapeur d'eau, $C_{pv} = 1,842$ kJ/kg K

C_{pw} – Capacité thermique de l'eau, $C_{pw} = 4,186$ kJ/kg K

Donc :

$$Q = W \cdot (2500 + 1,842 \cdot T_{a2} - 4,186 \cdot T_{p1}) + G_{p2} \cdot C_{p2} \cdot (T_{p2} - T_{p1}) \quad (2.15)$$

G_{p2} – Débit de sortie du produit (kg/h), calculé par la formule:

$$G_{p2} = G_{p1} \cdot \frac{(1 - w_{p1})}{(1 - w_{p2})} \quad (2.16)$$

G_{p1} – Débit d'entrée du produit (kg/h).

w_{p1} , w_{p2} – Teneur en eau (base humide) de la matière première et du produit sec (%).

C_{p2} – Capacité thermique du produit sec, calculée par la formule (1.42).

W – Quantité d'eau évaporée (kg/h):

$$W = G_{p_1} - G_{p_2} \quad (2.17)$$

ΔT_{\log} – Différence de température moyenne logarithmique, selon Masters (1991):

$$\Delta T_{log} = \frac{(T_{a1} - T_{p1}) - (T_{a2} - T_h)}{\ln\left(\frac{T_{a1} - T_{p1}}{T_{a2} - T_h}\right)} \quad (2.18)$$

T_h – Température de surface de la particule à l'état de saturation, représentée par la température humide qui est déterminée à partir du diagramme (H, x) de l'air humide (Figure II.18):

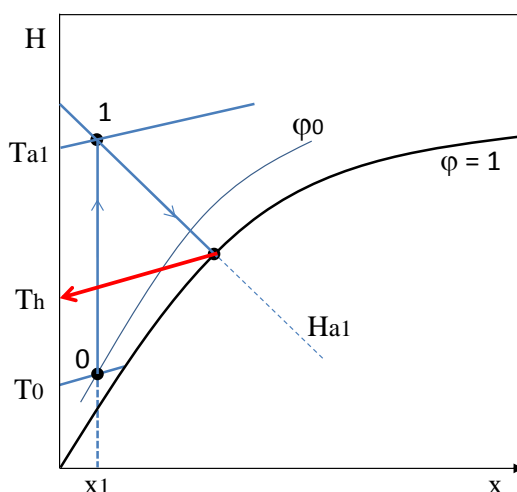


Figure II.18: Détermination de la température humide par le diagramme (H, x)

CHAPITRE II-4.

METHODE DES PLANS D'EXPERIENCES

II-4.1. PLANS D'EXPERIENCES CENTRAUX COMPOSITES

Comme mentionné ci-dessus, l'objectif de la thèse est de contribuer à résoudre quelques problèmes concernant le contrôle et l'amélioration de la qualité de poudre, l'efficacité du transfert de chaleur dans les opérations d'atomisation et d'autovaporisation (le traitement DIC). Afin de réaliser cet objectif, de nombreuses expériences sont nécessitées pour examiner l'impact des conditions opératoires de l'atomisation, du traitement DIC et des propriétés de l'alimentation sur la qualité du produit, ainsi que pour optimiser ces paramètres. Le nombre total d'expériences nécessaires peut être réduit en fonction de la technique de conception expérimentale. Il est essentiel qu'une méthode de conception expérimentale soit très économique pour extraire le maximum d'informations complexes, économiser significativement du temps expérimental ainsi que le matériel utilisé pour les analyses et les coûts personnels. Pour atteindre ce but, une technique de conception expérimentale appropriée devait être utilisée.

Les techniques de conception expérimentales généralement utilisées pour l'analyse des processus et la modélisation sont le plan factoriel complet, le plan factoriel fractionnaire et le plan central composite. Un plan factoriel complet nécessite aux multiniveaux de nombreuses expériences. Un plan factoriel fractionnaire nécessite moins d'expériences que d'un plan factoriel complet. Une alternative efficace à un plan factoriel est le plan central composite, initialement développé par Box et Wilson (1951) et amélioré par Box et Hunter (1957). Le plan central composite donne presque autant d'informations qu'un factoriel multi-niveau, exige beaucoup moins d'expériences qu'un plan factoriel complet et il a été prouvé qu'il est suffisant pour décrire la majorité des réponses de procédé stables (Box et al., 1978; NIST/SEMATECH, 2012).

L'emplacement des points expérimentaux pour un plan central composite à 2 facteurs est représenté dans la figure II.19.

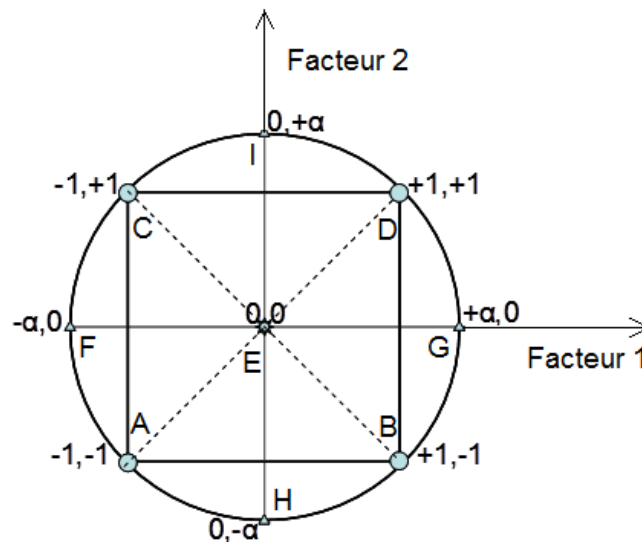


Figure II.19: Emplacement des points expérimentaux pour un plan central composite à 2 facteurs

Un plan central composite se compose de trois parties principales:

1. Un plan factoriel complet à deux niveaux (-1) et (+1) qui permet de retrouver comme points expérimentaux toutes les combinaisons possibles de deux niveaux choisis des k facteurs, soit 2^k points. Les points A (-1,-1), B (+1,-1), C (-1,+1) et D (+1,+1) dans la figure II.19 sont les points expérimentaux d'un plan 2^2 (avec deux facteurs, $k = 2$).
2. Au moins un point expérimental situé au centre du domaine d'étude. Le point E (0,0) est le

point central. Ce point peut être répété une ou plusieurs fois (n répétitions). La répétition de ce point est utilisée pour estimer la variance (reproductibilité, répétabilité) supposée constante pour l'ensemble des expériences. Nous avons adopté une répétition de 5 fois dans le cas d'un plan à deux paramètres opératoires, n = 5.

3. Des points axiaux (points en étoiles) F (- α ,0), G (+ α ,0), H (0,- α) et I (0,+ α) comme la figure II.19. Ces points expérimentaux sont situés sur les axes de chacun des facteurs, codés - α et + α . Ils sont au nombre de 2k. Ils complètent les points axiaux en permettant de définir les effets quadratiques des facteurs. Cette approche permet d'ajuster l'allure de variation de la variable réponse en fonction des paramètres opératoires à l'intérieur du domaine. La valeur de α est liée au nombre de facteurs k: $\alpha = \sqrt[4]{2^k} = 2^{0,25 \cdot k}$. Donc, pour deux paramètres opératoires: k = 2 et $\alpha = 1,4142$.

Le nombre total de points du plan est donc: $N = 2^k + 2k + n$ (avec k: le nombre de facteurs). Dans nos travaux, avec deux paramètres opératoires étudiés, le plan central composite à deux facteurs a été choisi. Le nombre total de points expérimentaux est: $N = 2^2 + 2 \times 2 + 5 = 13$.

II-4.2. ANALYSES STATISTIQUES

L'analyse des résultats a été réalisée par la méthode de surface de réponse à l'aide du logiciel Statgraphics Centurion XV version 15 (MANUGISTICS Inc., Rockville, Etats-Unis).

La méthode de surface de réponse consiste en un ensemble de techniques statistiques et mathématiques utiles pour le développement, l'amélioration et l'optimisation des processus dans lequel une réponse d'intérêt est influencée par plusieurs variables et l'objectif est d'optimiser cette réponse. La méthode de surface de réponse a été très utilisée dans le domaine de l'ingénierie et de la fabrication où de nombreux paramètres sont impliqués dans un processus, en vue de la conception, le développement et la formulation de nouveaux produits, ainsi que l'amélioration de la conception des produits existants. La méthode de surface de réponse est maintenant largement utilisée dans les domaines variés tels que la microbiologie, la pharmacologie et la chimie alimentaire, etc.

Le logiciel Statgraphics permet l'interprétation des résultats obtenus dans le domaine avec un modèle polynomial d'ordre 1 ou 2 à plusieurs facteurs. Quand un modèle du deuxième ordre est apte à la réponse, la prochaine étape est de localiser le point de la réponse minimale ou maximale. Le modèle de deuxième ordre pour les k facteurs peut être écrit comme:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=2}^k \beta_{ij} x_i x_j + \varepsilon \quad (2.19)$$

Où :

- Y : est la variable réponse mesurée,
- β_i : sont les coefficients de régression,
- x_i : sont les facteurs (variables opératoires),
- k : est le nombre de facteurs
- ε : est l'erreur aléatoire.

D'autres analyses effectuées étaient les suivantes:

- L'analyse de la variance (ANOVA) : pour déterminer les différences significatives entre les variables indépendantes ($P \leq 0,05$)
- Le diagramme de Pareto : identifier l'impact des variables sur les réponses,
- Les tendances générales : pour analyser le comportement des réponses par rapport aux changements de variables,
- Les coefficients de modèle empirique pour déterminer les modèles de chaque réponse,

- Le coefficient de corrélation R^2 : pour vérifier l'adéquation du modèle par rapport aux mesures expérimentales.
- L'optimisation des modèles de régression pour déterminer les conditions optimales de fonctionnement.

II-4.3. PLAN D'EXPERIENCES DANS LE TRAITEMENT DIC

Afin d'analyser l'impact des paramètres opératoires de la DIC et de les optimiser en termes des paramètres de réponse adéquats, les plans d'expériences centraux composites à deux paramètres opératoires ont été adoptés. Dans cette recherche, deux paramètres opératoires de la DIC ont été étudiés : la pression absolue de vapeur d'eau dans l'enceinte (P) et le temps de traitement (t), tandis que les autres paramètres ont été maintenus constantes. Des essais préliminaires effectués avec chacun des produits considérés nous ont conduits à identifier le domaine de variation pertinente des paramètres opératoires qui est donné dans le tableau suivant.

Tableau II-10: Domaine de variation des paramètres opératoires dans le traitement DIC

Produits	Pression de vapeur (MPa)		Temps de traitement (s)	
	Minimum	Maximum	Minimum	Maximum
Gomme arabique brute (en morceaux)	0,20	0,70	20	120
Gomme arabique atomisée	0,05	0,26	11	40
Soja décortiqué	0,20	0,70	20	120

Le tableau II-11 présente un récapitulatif des analyses effectuées sur chaque produit étudié et, ainsi, les paramètres de réponse utilisés dans l'étude statistique des plans d'expériences.

Tableau II-11: Paramètres de réponse dans le traitement DIC

Analyse	GA brute	GA atomisée	Soja décortiqué
Masse volumique apparente simple	×	×	×
Masse volumique tassée	×	×	×
Masse volumique intrinsèque	×	×	×
Taux de remplissage	×	×	×
Compressibilité	×	×	×
Indice de Hausner	×	×	×
Porosité	×	×	×
Volume de l'air interstitiel	×	×	×
Diamètre moyen surface-volume	×	×	×
Indice de mouillabilité			×
Capacité de rétention d'eau			×
Capacité de rétention d'huile			×

Les divers plans d'expériences réalisés pour chacun des produits étudiés sont dressés ci-dessous:

II-4.3.A. Gomme arabique brute en morceaux

Tableau II-12: Plan d'expériences de traitement DIC de la gomme arabique brute en morceau

Points	Pression de vapeur (MPa)	Temps de traitement (s)
+ α	0,70	120,0
- α	0,20	20,0
Point central 0	0,45	70,0
+1	0,63	105,4
-1	0,27	34,6

II-4.3.B. Gomme arabique atomisée

Tableau II-13: Plan d'expériences de traitement DIC des poudres de gomme arabique atomisées

Points	Pression de vapeur (MPa)	Temps de traitement (s)
+ α	0,26	40,00
- α	0,05	11,00
Point central 0	0,155	25,50
+1	0,23	35,75
-1	0,08	15,25

II-4.3.C. Soja décortiqué

Tableau II-14: Plan d'expériences de traitement DIC du Soja décortiqué

Points	Pression de vapeur (MPa)	Temps de traitement (s)
+ α	0,70	120,0
- α	0,20	20,0
Point central 0	0,45	70,0
+1	0,63	105,4
-1	0,27	34,6

II-4.4. PLAN D'EXPERIENCES DANS L'OPERATION D'ATOMISATION

L'opération d'atomisation a été appliquée dans trois cas: la fabrication du mélange de la gomme arabique (GA) et la maltodextrine (MD), la fabrication de la poudre de soja seul, et la fabrication de la poudre de soja avec la gomme arabique et la maltodextrine. Après avoir effectué des essais préliminaires pour trouver des paramètres opératoires qui ont une influence importante sur la qualité du produit et l'efficacité de transfert de chaleur dans le chambre de séchage, ainsi que identifier le domaine de variation pertinente de ces paramètres opératoires avec chaque produit, nous avons dressé ci-après les divers plans d'expériences réalisés dans chacun des cas.

Les analyses effectuées dans chaque cas étudié et, ainsi les paramètres de réponse utilisés dans l'étude statistique des plans d'expériences sont représentées dans le tableau suivant:

Tableau II-15: Paramètres de réponse dans l'opération d'atomisation

Analyse	Mélange GA+MD	Soja seul	Soja avec GA+MD
Masse volumique apparente simple	×	×	×
Masse volumique tassée	×	×	×
Masse volumique intrinsèque	×	×	×
Taux de remplissage		×	×
Compressibilité		×	×
Indice de Hausner		×	×
Porosité		×	×
Volume de l'air interstitiel	×	×	×
Diamètre moyen surface-volume		×	×
Indice de mouillabilité		×	×
Capacité de rétention d'eau		×	×
Capacité de rétention d'huile		×	×
Débit d'alimentation	×	×	×
Température de l'air sortant	×	×	×
Teneur en eau du produit	×	×	×
Coefficient de transfert de chaleur volumétrique		×	×
Sédimentation			×

II-4.4.A. Mélange de poudre atomisée de la GA et la MD

L'opération d'atomisation a été réalisée pour fabriquer le mélange de poudre de la gomme arabique et la maltodextrine, avec deux paramètres opératoires ont été choisis :

- Le taux MD/GA a été étudié grâce à la modification de la teneur en maltodextrines (MD) dans la solution d'alimentation. Le domaine de variation de la MD est de 0% à 50% de matière sèche, et
- La température de l'air entrant (T_e) varie de 160°C à 260°C.

Le plan d'expériences dans ce cas est exprimé dans le tableau suivant:

Tableau II-16: Plan d'expériences dans l'atomisation du mélange de la GA et la MD

Points	Teneur en maltodextrine - MD (%)	Température de l'air entrant - T_e (°C)
+α	50,00	260,0

$-\alpha$	0,00	160,0
Point central 0	25,00	210,0
+1	42,68	245,4
-1	7,32	174,6

II-4.4.B. Poudre atomisée du soja seul

Les essais préliminaires dans la fabrication de la poudre du soja seul par atomisation, ont permis de choisir :

- La concentration de la solution d'alimentation (C) varie de 15% à 25% de matière sèche en poids, et
- La température de l'air entrant (T_e) est réglée dans une gamme comprise entre 200°C et 280°C.

comme paramètres opératoires. Le plan d'expériences dans le cas du soja seul est donné au tableau II-17.

Tableau II-17: Plan d'expériences dans l'atomisation de la poudre du soja seul

Points	Concentration de la solution - C (%)	Température de l'air entrant - T_e (°C)
$+\alpha$	25,00	280,0
$-\alpha$	15,00	200,0
Point central 0	20,00	240,0
+1	23,54	268,3
-1	16,46	211,7

II-4.4.C. Poudre atomisée du soja avec la GA et la MD

Après avoir optimisé les conditions opératoires dans la fabrication de la poudre du soja par atomisation, deux paramètres sont optimisés (détaillés dans la partie III – Résultats) : la concentration optimale de la solution d'alimentation $C_{opt} = 25\%$ et la température optimale de l'air entrant $T_{opt} = 200\text{ °C}$. La fabrication de la poudre du soja avec la GA et MD a été réalisée aux conditions optimales (C_{opt} , T_{opt}) et la solution d'alimentation a été préparée avec 20% soja et 5% mélange MD/GA. Afin d'étudier les impacts du taux MD/GA, avec le plan d'expériences suivant:

Tableau II-18: Plan d'expériences dans l'atomisation de la poudre du soja avec la GA et la MD

Points	MD : GA	MD (%)	GA (%)
1	0 : 100 (0,00)	0,0	5,0
2	10 : 90 (0,11)	0,5	4,5
3	20 : 80 (0,25)	1,0	4,0
4	30 : 70 (0,43)	1,5	3,5
5	40 : 60 (0,67)	2,0	3,0
6	50 : 50 (1,00)	2,5	2,5

PARTIE III.

RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE III-1.

COMPARATIVE STUDY OF METHODS FOR PRODUCING GUM ARABIC POWDER AND THE IMPACT OF DIC TREATMENT ON THE PROPERTIES OF THE PRODUCT

III-1.1. ABSTRACT

The purpose of this chapter is to compare different methods of producing gum arabic powder by comparing the properties of powders (through the analyses of technological, physical and structural properties), in order to meet the requirements in the selection of a suitable production process according to the needs of consumers and producers; at the same time, the impact of DIC treatment (the treatment time and the steam pressure) on the quality of the powder are also analyzed.

The gum arabic powders were produced according to four methods by inserting a restructuring stage by DIC treatment (Instant controlled pressure-drop) in the classic process of grinding and spray drying. Properties of the final product were compared and the results show that DIC treatment enables us to control and improve the properties of the powder. The DIC treatment can cause a controlled increase in the packed bulk density, filling rate, compressibility, porosity; a reduction in interstitial air volume and the aerated bulk density. It also facilitated the subsequent grinding and intensified the drying kinetics. The impact of pressure and DIC treatment time were examined. Pressure is the strongest factor influencing the properties of the gum arabic powder. Selecting an optimal pressure and treatment time plays a decisive role in controlling the properties of powders.

III-1.2. RESULTS AND DISCUSSION

All the results of calculation and experiment are shown in the tables VII-1, VII-2, VII-3, VII-4 and VII-5 in Part VII - Annexe. Analyzes based on the results obtained are given below.

III-1.2.A. Aerated bulk density (ρ_a)

The experimental results show that the aerated bulk density of the ground powder is greater than spray dried powder (Figure III.1). After a restructuring stage by DIC, aerated bulk density of the ground powder decreases while there is an increase or decrease observed in the case of the spray dried powder (Table III-1).

Table III-1: Aerated bulk density of gum arabic powders

Gum arabic powders	Aerated bulk density (kg/m ³)
Spray dried powder (control)	415.6
Spray dried powder with DIC : P = 2.3 bar ; t = 35s	491.0
Spray dried powder with DIC : P = 0.5 bar ; t = 25s	384.2
Ground powder (control)	737.8
Ground powder with DIC : P = 4.5 bar ; t = 70s	680.2

The DIC treatment promotes the formation of large amounts of pores within the granule. Therefore, the aerated bulk density in the majority of cases decreases. For example, the classic ground powder (control) $\rho_a = 737.8 \text{ kg.m}^{-3}$, but it is 680.2 kg.m^{-3} after DIC treatment at P = 4.5 bar and t = 70s. In the minority of cases for the spray dried powder, ρ_a increases after the DIC at large values of pressure and treatment time. This may be due to fragmentation of large particles under high pressure treatment. As a result, the particle size and the entrapped air quantity decrease.

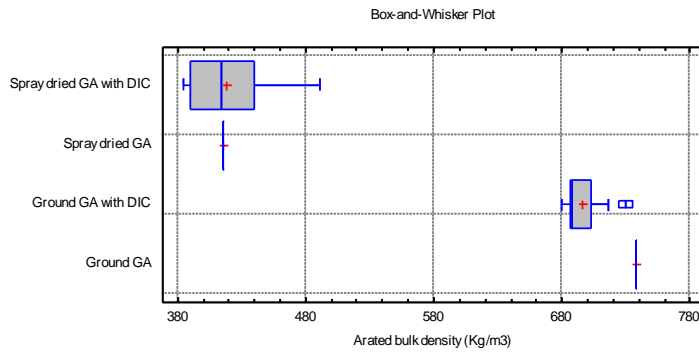


Figure III.1: Comparison of the aerated bulk densities of gum arabic powder

In regard to the impact of operating parameters of the DIC (Figure III.2), the analysis shows that in the case of the spray dried powder, the aerated bulk density increases when pressure and treatment time increases, among them the pressure is the important factor.

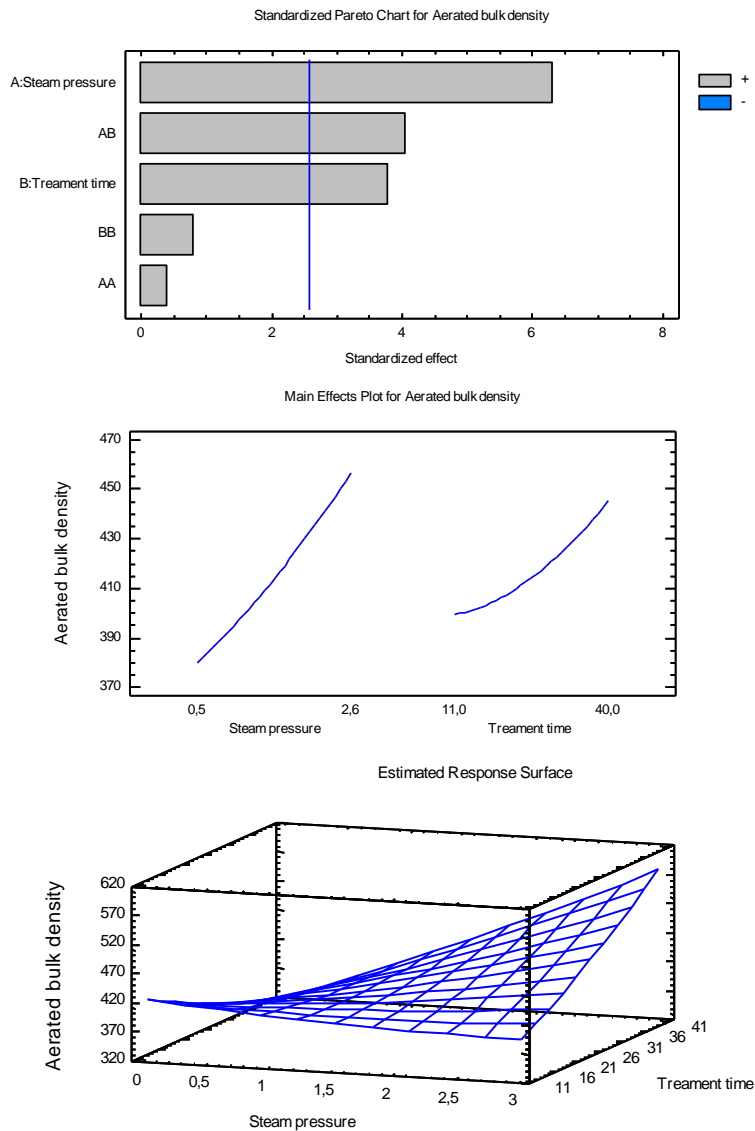


Figure III.2: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m^{-3}) of the spray dried powder ($\rho_a \text{ untreated} = 415.6 \text{ kg.m}^{-3}$)

The pressure, processing time and the aerated bulk density of the spray dried powder follows a regression model given with $R^2 = 93\%$:

$$\rho_a = 478.729 - 56.8179*P - 5.41163*t + 3.62818*P^2 + 3.21184*P*t + 0.0394773*t^2 \quad (3.1)$$

For the ground powder (Figure III.3), when the pressure and time increase, at first the aerated bulk density decrease but then it grows from the minimum of the curve at $P_{\min} = 0.42$ MPa and $t_{\min} = 79$ s. The regression model is given with $R^2 = 80.6\%$:

$$\rho_a = 785.697 - 235.731*P - 1.08491*t + 209.999*P^2 + 0.743991*P*t + 0.00484995*t^2 \quad (3.2)$$

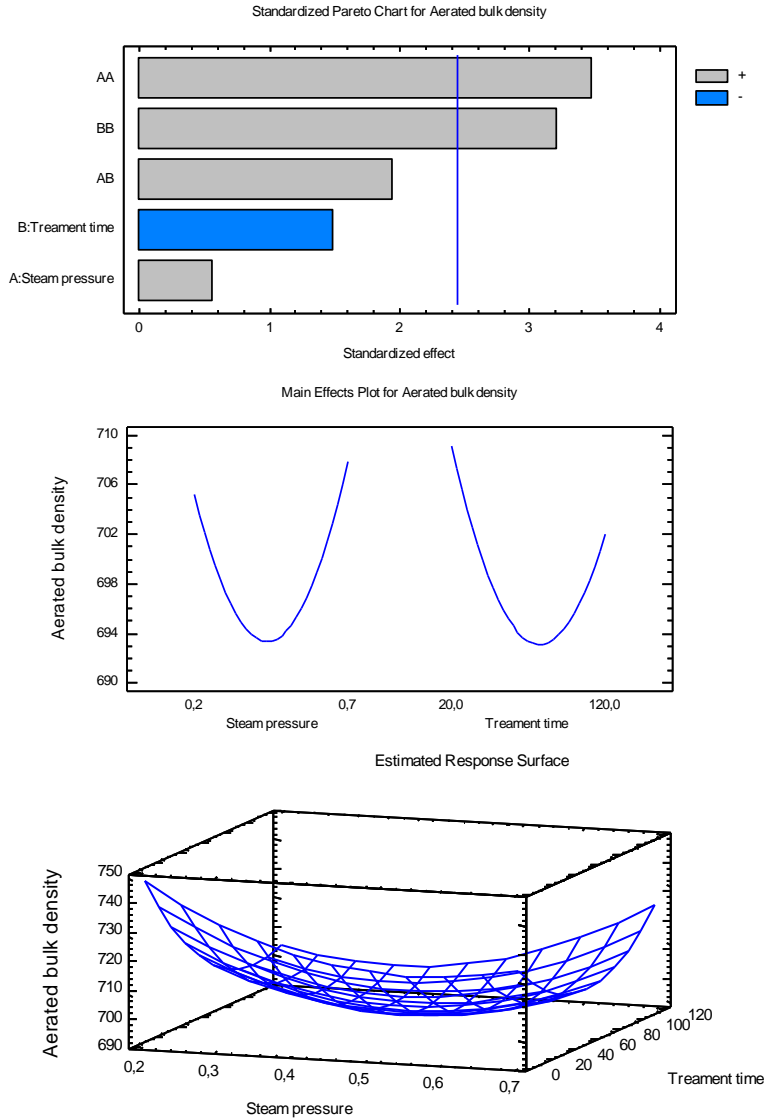


Figure III.3: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m^{-3}) of the ground powder ($\rho_a \text{ untreated} = 715.6 \text{ kg.m}^{-3}$)

III-1.2.B. Packed bulk density (ρ_p)

The packed bulk density ρ_p expresses the aptitude of powder to lose a part of its volume through compressing or tapping. The restructuring stage by DIC has a clear influence on the packed bulk density. In both cases, the packed bulk density increases after DIC treatment and ground powder always gave results higher than the spray dried powder (Figure III.4).

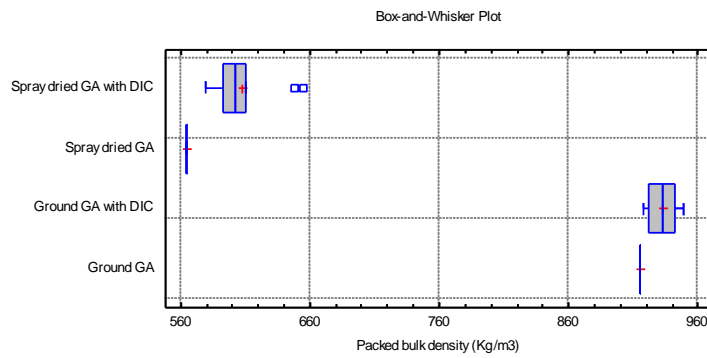


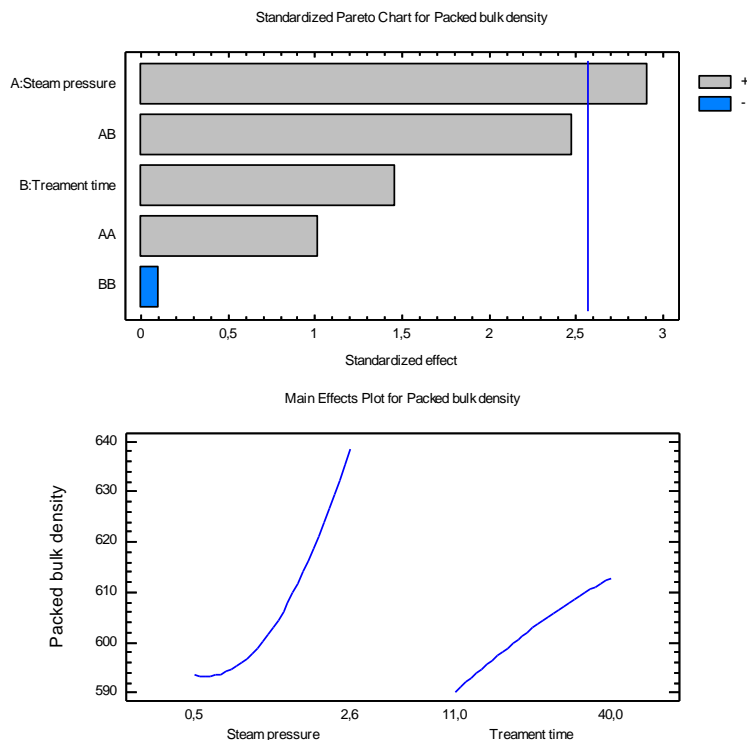
Figure III.4: Comparison of the packed bulk densities of gum arabic powder

For example, in the case of the spray dried powder treated by DIC at $P = 2.3$ bar, $t = 35$ s, the packed bulk density $\rho_p = 654.67 \text{ kg.m}^{-3}$ is increased by 16% compared to untreated powder (control) $\rho_p = 564.6 \text{ kg.m}^{-3}$. Similarly, a slight increase of 4% was observed for the milled powder (Table III-2).

Table III-2: Packed bulk density of the gum arabic powder

Gum arabic powders	Packed bulk density (kg/m ³)
Spray dried powder (control)	564.67
Spray dried powder with DIC : $P = 2.3$ bar ; $t = 35$ s	654.67
Ground powder (control)	915.09
Ground powder with DIC : $P = 2$ bar ; $t = 70$ s	948.11

Figures III.5 and III.6 illustrate the impact of operating conditions of the DIC on the packed bulk density. In both cases, the impact of treatment time (t) is very low. However, the pressure (P) clearly affects the packed bulk density.



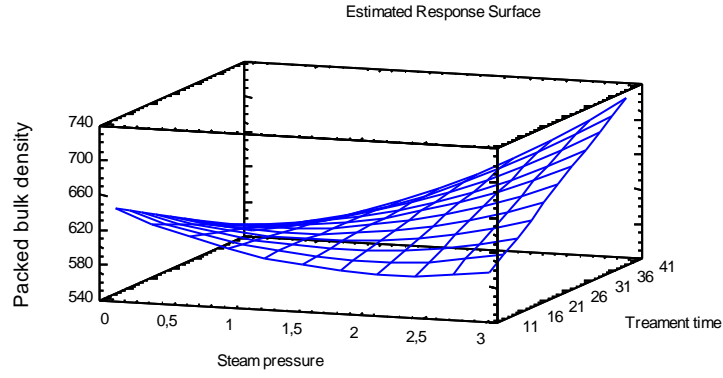


Figure III.5: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m^{-3}) of the spray-dried powder ($\rho_p \text{ untreated} = 564.67 \text{ kg.m}^{-3}$)

In the case of the spray-dried powder, an increase of pressure and treatment time leads to an increase of the packed bulk density. The regression model is given with $R^2 = 78\%$.

$$\rho_p = 673.73 - 79.7691 * P - 2.79041 * t + 11.9959 * P^2 + 2.51036 * P * t - 0.00627592 * t^2 \quad (3.3)$$

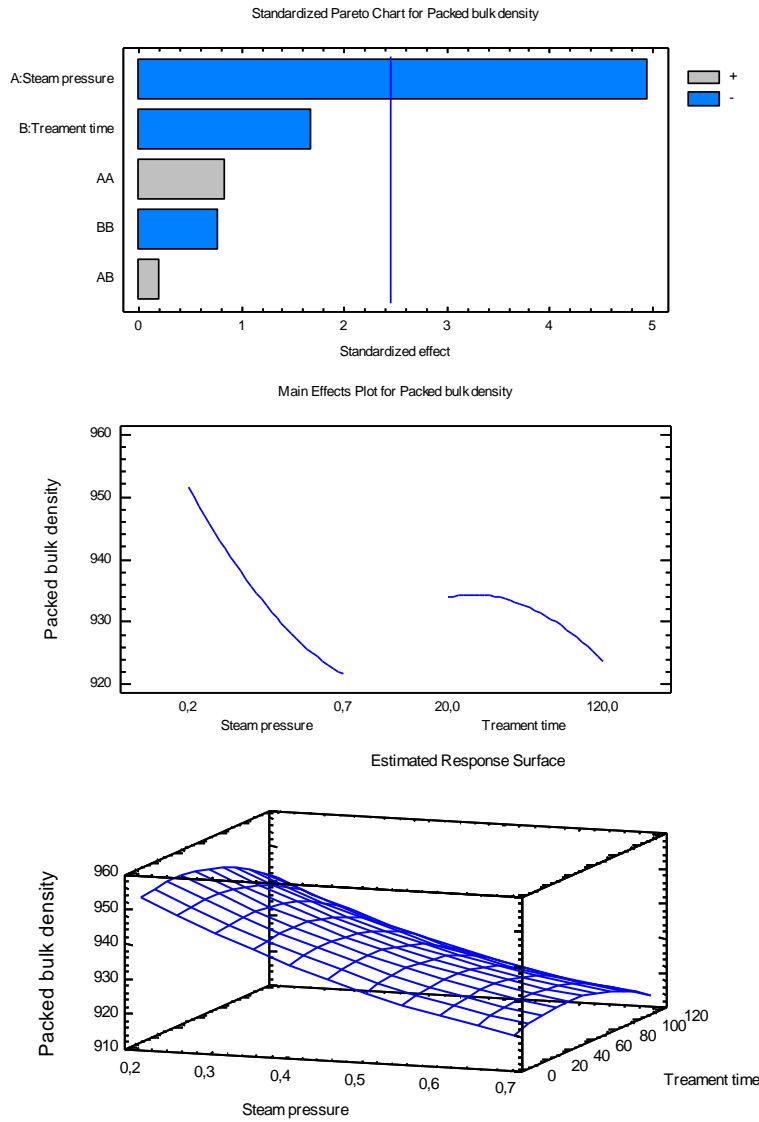


Figure III.6: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m^{-3}) of the ground powder ($\rho_p \text{ untreated} = 915.09 \text{ kg.m}^{-3}$)

As for the milled powder, it is found that the more pressure and processing time increases, the more

the packed bulk density decreases. The regression model was obtained with $R^2 = 82.8\%$.

$$\rho_p = 975.506 - 124.618*P + 0.0616025*t + 64.52*P^2 + 0.0971997*P*t - 0.00147704*t^2 \quad (3.4)$$

III-1.2.C. Intrinsic density (ρ_{int})

After a restructuring step by DIC, variation of the intrinsic density is negligible. A slight increase of 0.89% (from $\rho_{int} = 1504.5 \text{ kg.m}^{-3}$ before treatment to the average measured value after DIC: 1518 kg.m^{-3}) for the milled powder and 1.3% for the spray-dried powder (from 1211.9 kg.m^{-3} to 1228 kg.m^{-3}) was observed.

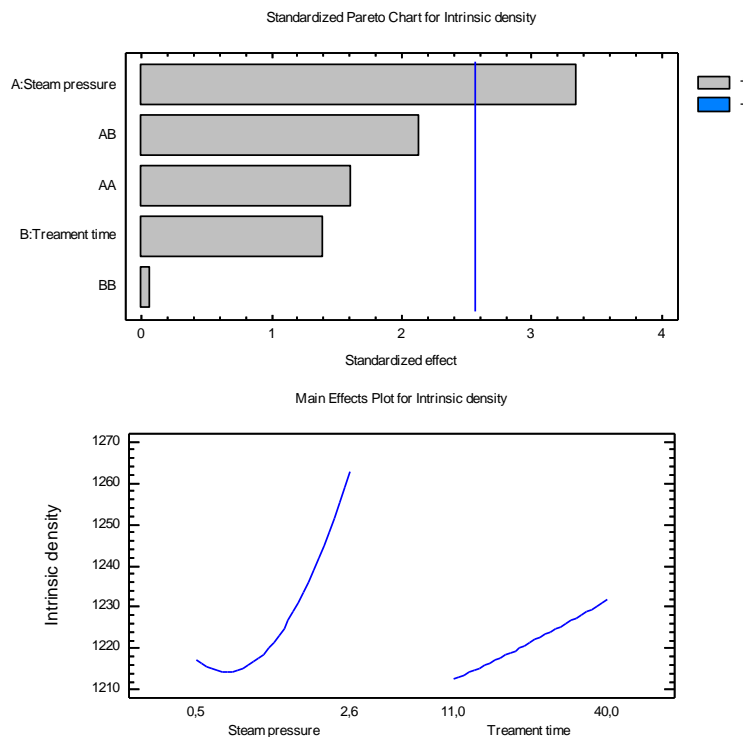
About the impact of operating conditions, Figures III.7 and III.8 show that the processing time has a negligible effect and increasing pressure implies a slight increase in the intrinsic density, about 0.37% (from 1515.2 kg.m^{-3} to 1520.9 kg.m^{-3}) for the ground powder and 4.7% (from 1213.7 kg.m^{-3} to 1271.7 kg.m^{-3}) for the spray-dried powder (Table III.3).

Table III-3: Intrinsic density of the gum arabic powders

Gum arabic powders	Intrinsic density (kg.m^{-3})
Spray-dried powder (control)	1211.9
Spray-dried powder with DIC : P = 0.5 bar ; t = 25s	1213.7
Spray-dried powder with DIC : P = 2.6 bar ; t = 25s	1271.7
Ground powder (control)	1504.5
Ground powder with DIC : P = 2 bar ; t = 70s	1515.2
Ground powder with DIC : P = 7 bar ; t = 70s	1520.9

The relationship between the intrinsic density of the spray-dried powder and the DIC operating parameters follows a regression model with $R^2 = 80.3\%$.

$$\rho_{int} = 1289.33 - 79.3612*P - 2.48157*t + 16.8746*P^2 + 1.91462*P*t + 0.00334952*t^2 \quad (3.5)$$



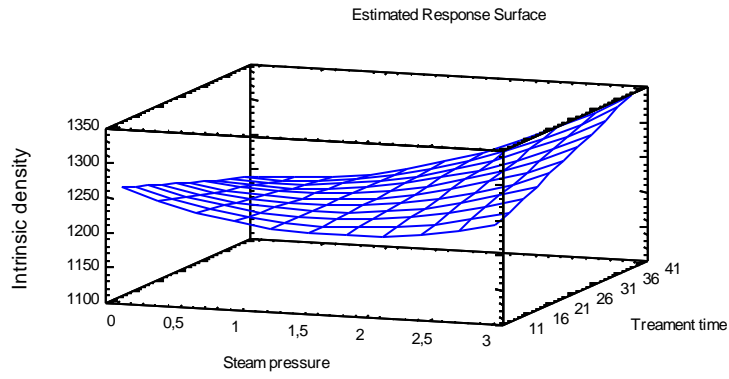


Figure III.7: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m^{-3}) of the spray-dried powder ($\rho_{\text{int untreated}} = 1211.9 \text{ kg.m}^{-3}$)

The regression model of the milled powder was obtained with $R^2 = 83\%$.

$$\rho_{\text{int}} = 1516.31 + 1.13465 * P - 0.0199529 * t + 1.00014 * P^2 + 0.115999 * P * t - 0.000215001 * t^2 \quad (3.6)$$

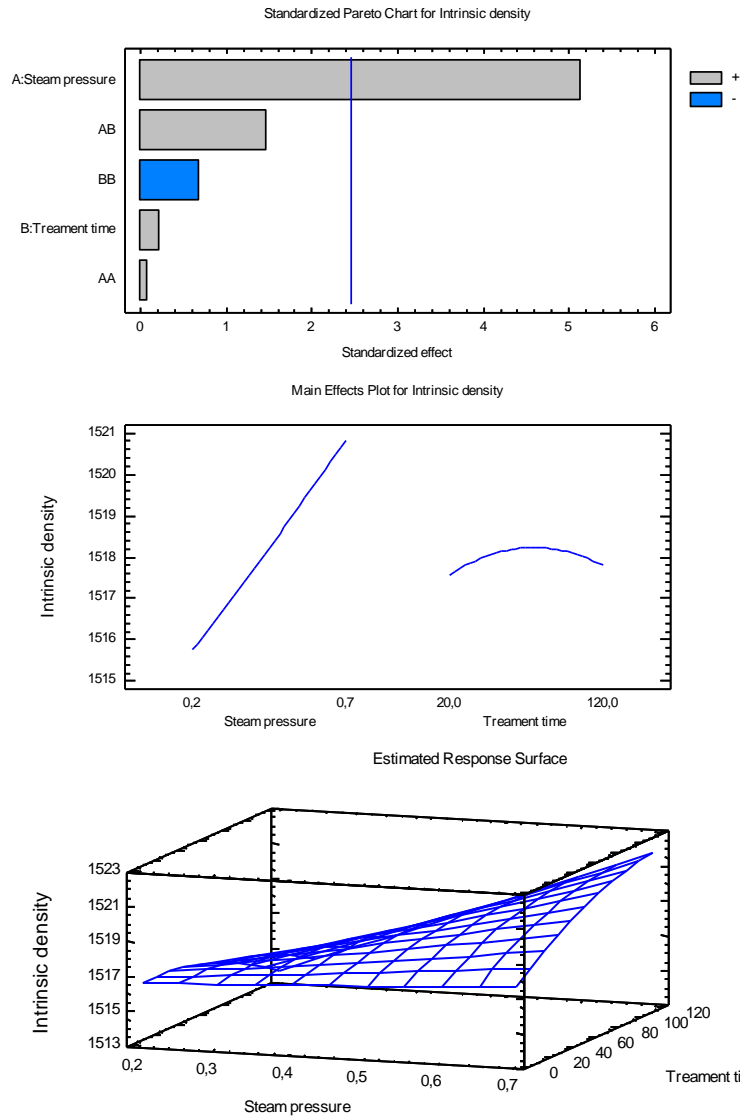


Figure III.8: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m^{-3}) of the ground powder ($\rho_{\text{int untreated}} = 1504.5 \text{ kg.m}^{-3}$)

In fact, the intrinsic density does not depend on structure modification; it only depends on the chemical composition. A slight increase in the intrinsic density in some cases may be due to some chemical modifications of gum arabic. The chemical composition of gum arabic may vary slightly

depending on the processing conditions and its origin (Al-Assaf et al., 2005a; Al-Assaf et al., 2005b) especially the content of Rhamnose, Arabinose and Glucuronic acid. This also explains the difference between the intrinsic density of the spray-dried powder (1212 kg.m^{-3}) and of the ground powder (1504 kg.m^{-3}).

III-1.2.D. Filling rate

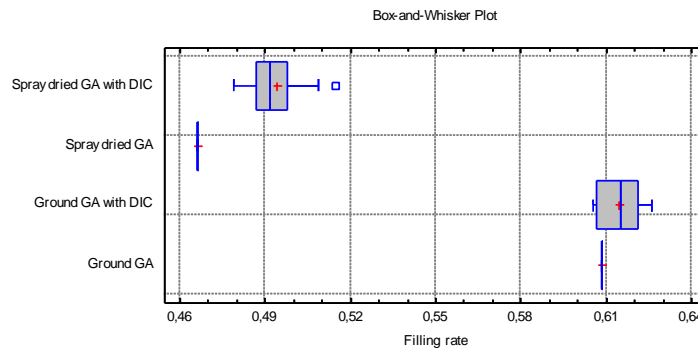
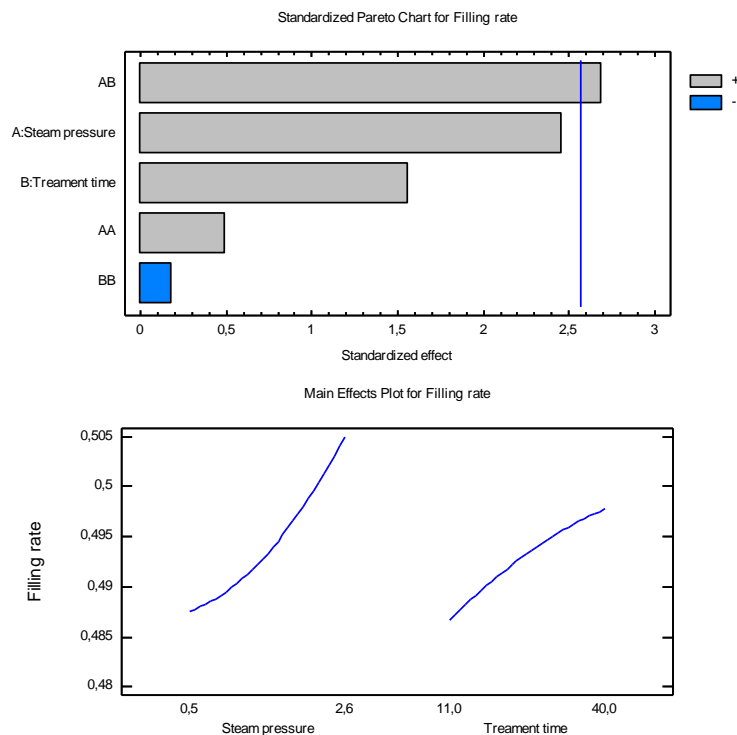


Figure III.9: Comparison of the filling rates of gum arabic powder

The filling rate is a ratio of the packed bulk density to the intrinsic density. Because the variation of intrinsic density is negligible after DIC treatment as mentioned above, the filling rate must follow almost the same behavior of the packed bulk density. The filling rate is a very important property of the industrial, commercial and economical plans; a very high filling rate can reduce transport costs. In this study, the filling rate of both process increases after DIC treatment. However, filling rate of the spray-dried powder increases more strongly than that of the ground powder. An increase of 10.5% for the spray-dried powder (from 0.466 before treatment to 0.515 after DIC at $P = 2.3 \text{ bar}$, $t = 35\text{s}$) was observed, whereas that of the milled powder is 3% (from 0.608 before treatment to 0.626 after DIC at $P = 2 \text{ bar}$, $t = 70\text{s}$) (Figure III.9).



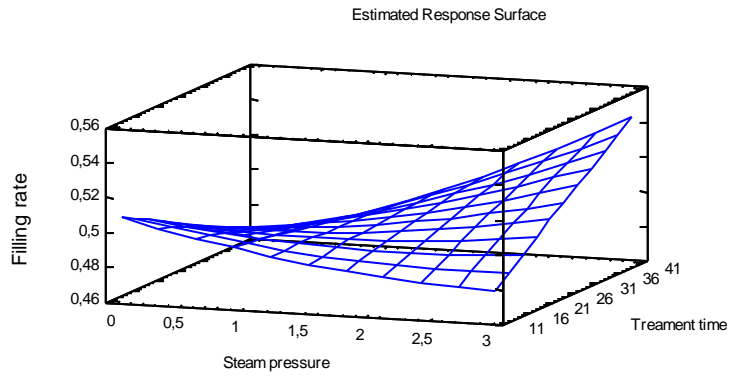


Figure III.10: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the spray-dried powder (untreated powder = 0.466)

Figure III.10 shows the impact of pressure and treatment time on the filling rate of the spray-dried powder. In this figure, the filling rate increases when the pressure and treatment time increases. The regression model was obtained with $R^2 = 76\%$.

$$\text{Filling rate} = 0.523157 - 0.0317554 \cdot P - 0.00129153 \cdot t + 0.00264552 \cdot P^2 + 0.00124795 \cdot P \cdot t - 0.00000515245 \cdot t^2 \quad (3.7)$$

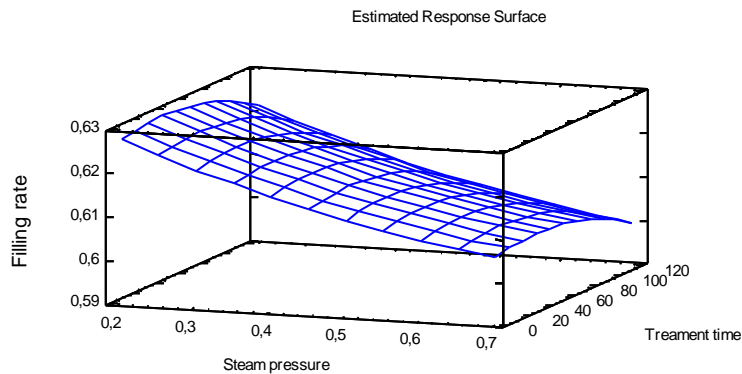
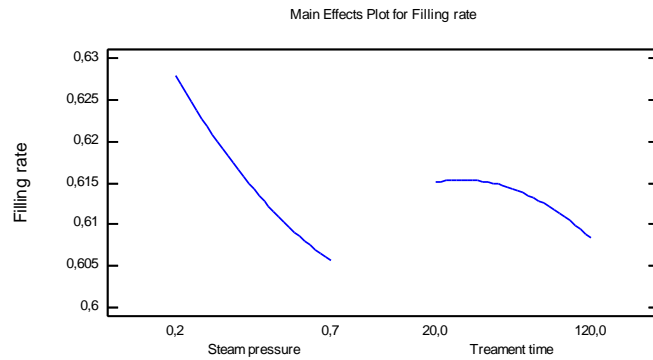
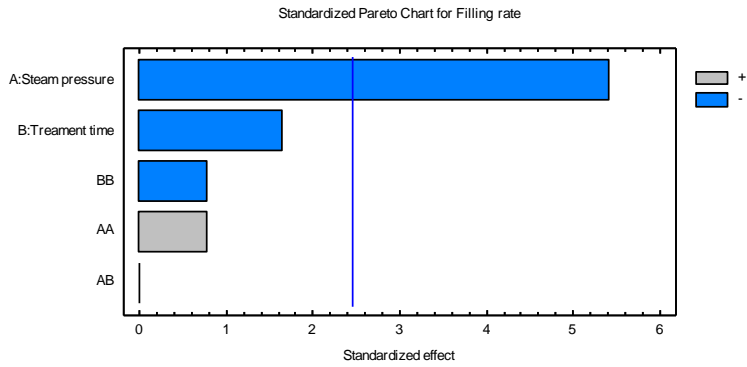


Figure III.11: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the ground powder (untreated powder = 0.608)

For the ground powder, the effect of the pressure is greater than that of time. The higher the pressure, the lower the filling rate (Figure III.11). The regression model with $R^2 = 84.8\%$ was found.

$$\begin{aligned} \text{Filling rate} = & 0.641963 - 0.0800412 * P + 0.0000729314 * t + 0.0399999 * P^2 \\ & + 4.84938E-10 * P * t - 0.00000100002 * t^2 \end{aligned} \quad (3.8)$$

III-1.2.E. Compressibility

The powders can be compacted by tapping or by mechanical compression. Compressibility reflects the ability of the powder bed to reduce its volume under the effect of mechanical stress and it is expressed as a percentage. In general, the compressibility of the powder increases after DIC treatment stage (Figure III.12). For example, the compressibility of the spray-dried powder before DIC treatment is 26.4% and it is 35% after treatment at $P = 0.5$ bar, $t = 25$ s. This means that it increases by 32.5%. With the ground powder, the compressibility is lower than that of the spray-dried powder and an increase of 19% (from 21.8% before the DIC to 26% in the case of pressure $P = 4.5$ bar, $t = 70$ s) took place after DIC treatment.

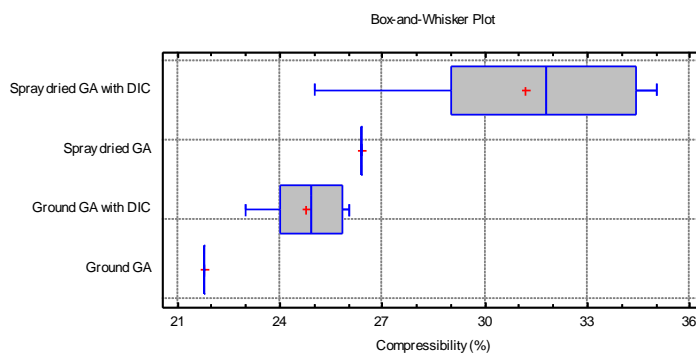
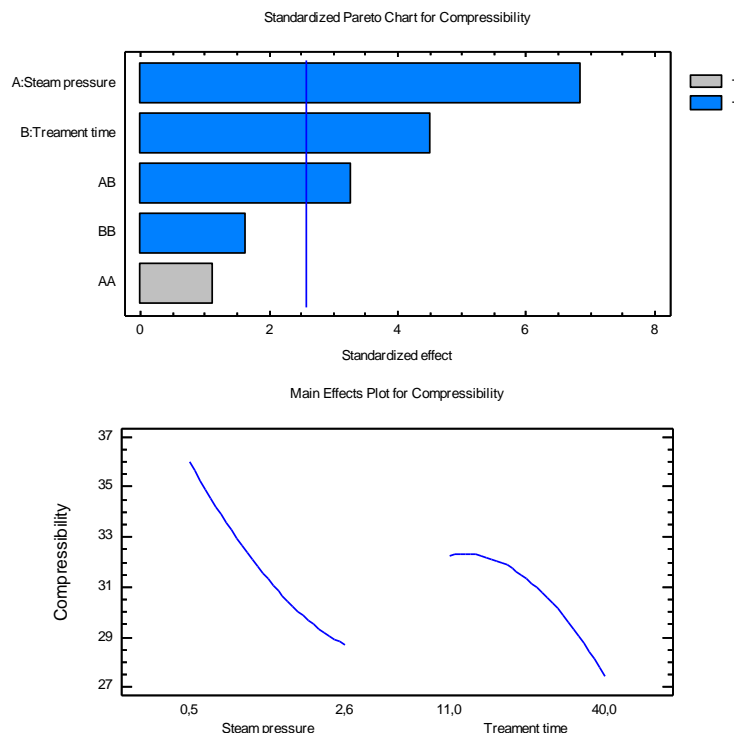


Figure III.12: Comparison of the compressibilities of gum arabic powder

In both production processes, the pressure is the strongest factor affecting the compressibility of powder (Figure III.13 and III.14) and its increase caused a decrease in compressibility. This phenomenon can be explained by the acceleration of the fragmentation of large particles at a higher pressure.



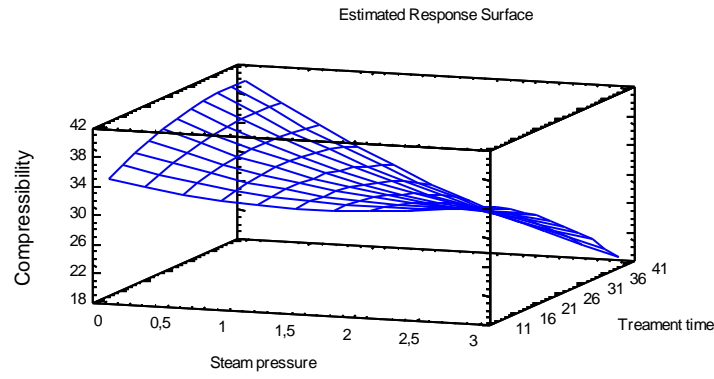


Figure III.13: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the spray-dried powder (untreated powder = 26.4%)

The relationship between the pressure and the compressibility of the spray dried powder follows a regression model with $R^2 = 94\%$.

$$\text{Compressibility} = 29.523 - 0.479083 * P + 0.549465 * t + 0.922142 * P^2 - 0.229886 * P * t - 0.00705514 * t^2 \quad (3.9)$$

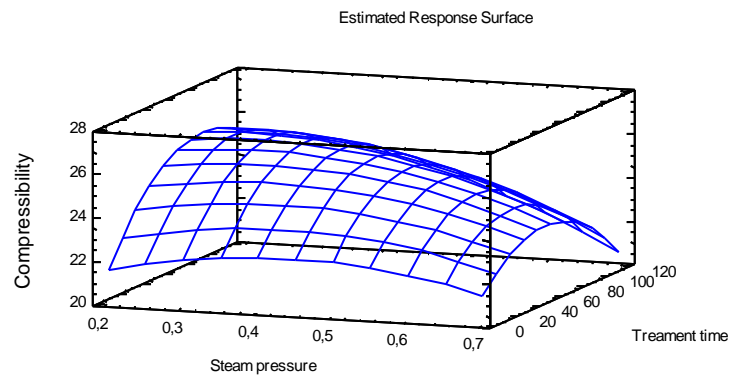
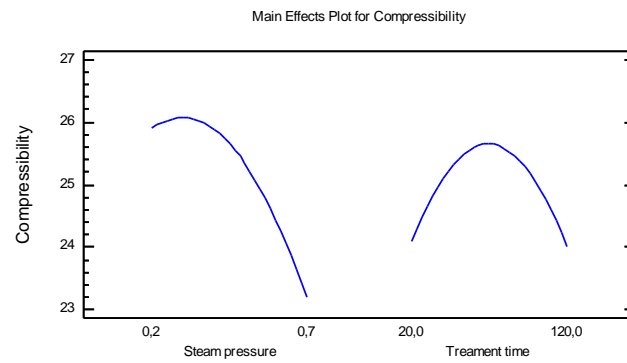
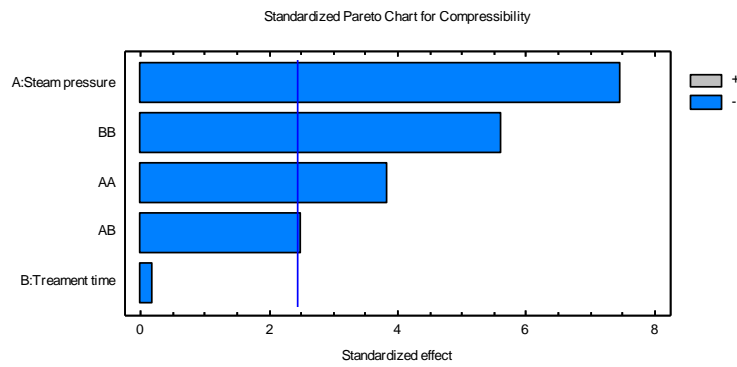


Figure III.14: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the ground powder (untreated powder = 21.8%)

For the ground powder, the regression model is given with $R^2 = 94\%$.

$$\text{Compressibility} = 19.1634 + 15.4757*P + 0.121292*t - 17.5999*P^2 - 0.0719991*P*t - 0.000639998*t^2 \quad (3.10)$$

III-1.2.F. Hausner ratio

One of the standard methods for evaluating the flowability of a particulate system is to calculate the Hausner ratio after typing. The Hausner ratio is defined as the ratio of packed bulk density ρ_p to its aerated bulk density ρ_a . Hayes (1987) reported that powders with the Hausner ratio between 1.0 and 1.25 are easily fluidized, while the difficult flow belongs to powders with the Hausner ratio from 1.25 to 1.4; and the powders have very difficult flow when the Hausner ratio is greater than 1.4.

In this research, the Hausner ratio of the gum arabic powders which produced by all four methods is between 1.28 and 1.53. Therefore, gum arabic powder after DIC treatment even before treatment exhibits a difficult and very difficult flowability according to the classification of Hayes (1987). In general, the Hausner ratio slightly increases after DIC treatment step (Figure III.15), about 2.6% (from 1.282 before treatment to the average measured value of 1.316) for the milled powder. For the spray-dried powder, this increase is 7% (from 1.359 before treatment to the average measured value 1.455).

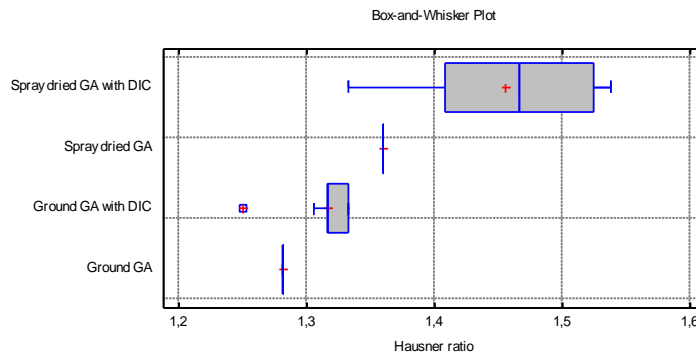
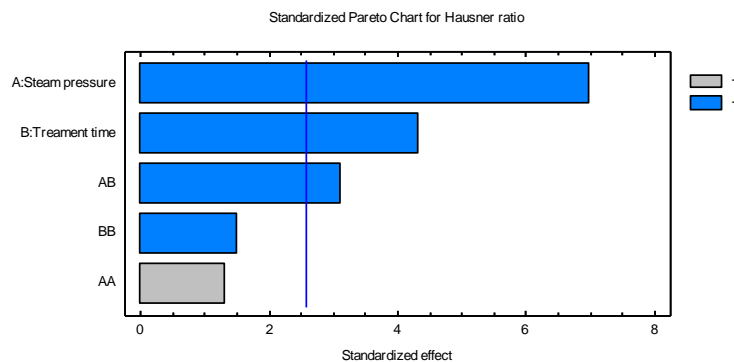


Figure III.15: Comparison of the Hausner ratios of gum arabic powder

However, the Hausner ratio decreases after DIC treatment in some cases. For example, at $P = 6.3$ bar, $t = 35$ s, the Hausner ratio of the milled powder is 1.25 and that of the spray-dried powder is 1.33 at $P = 2.3$ bar, $t = 35$ s.

In terms of the impact of operating conditions (Figure III.16 and III.17), the pressure and treatment time slightly influence the Hausner ratio. In both cases, the higher the pressure, the lower the Hausner ratio. The Hausner ratio of spray-dried powder slightly decreases with increasing time, while that of the milled powder reached the maximum at $t = 79$ s, then it gradually decreases over time.



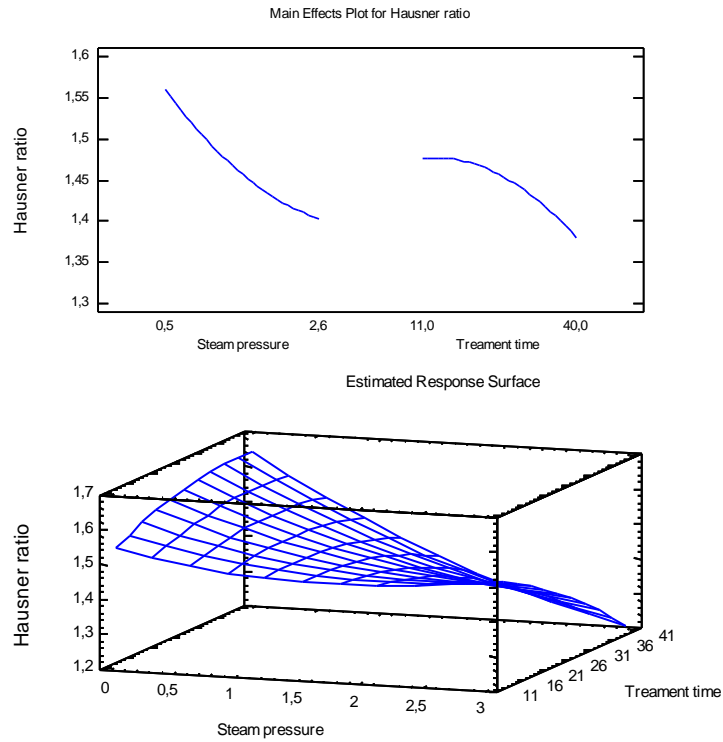
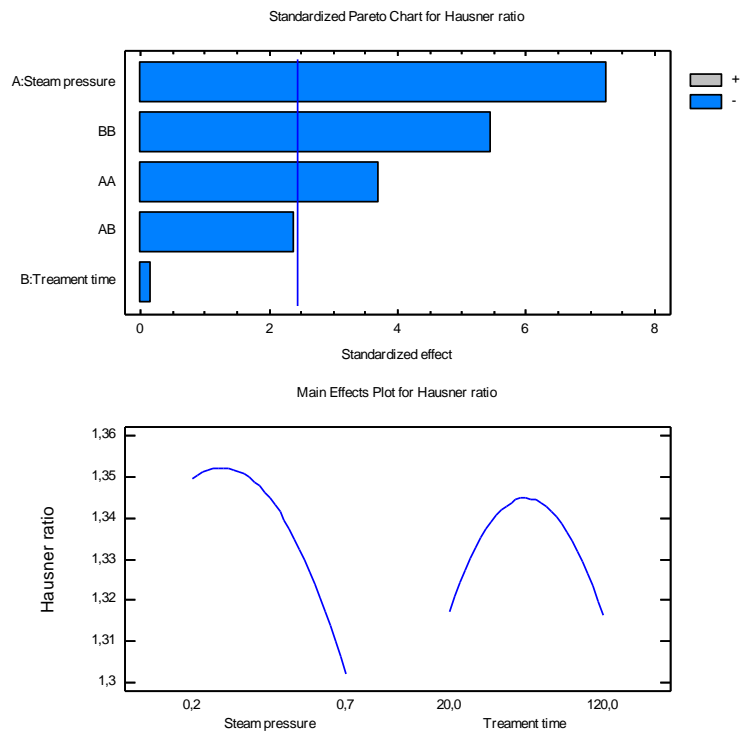


Figure III.16: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the spray-dried powder (untreated powder = 1.359)

The regression model for the spray-dried powder is given with $R^2 = 94\%$.

$$\text{Hausner ratio} = 1.44257 - 0.0269197 \cdot P + 0.0105248 \cdot t + 0.0221843 \cdot P^2 - 0.00453205 \cdot P \cdot t - 0.000133374 \cdot t^2 \quad (3.11)$$



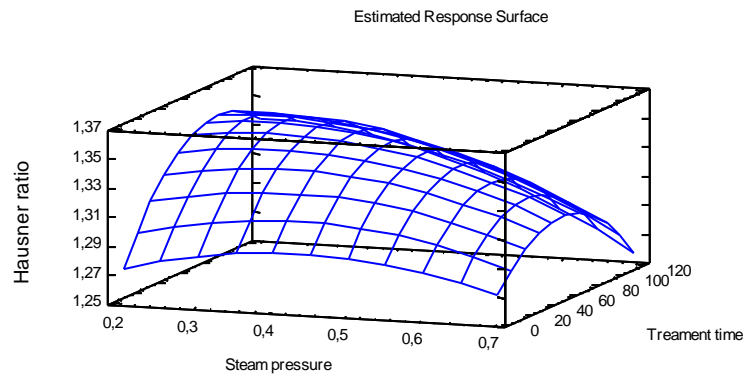


Figure III.17: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the ground powder (untreated powder = 1.279)

For the ground powder, the regression model is given with $R^2 = 94\%$

$$\text{Hausner ratio} = 1.23282 + 0.264878*P + 0.00210838*t - 0.301998*P^2 - 0.00123998*P*t - 0.00001115*t^2 \quad (3.12)$$

III-1.2.G. Porosity

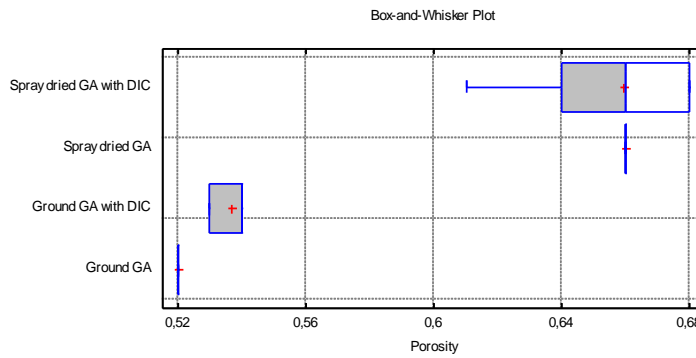
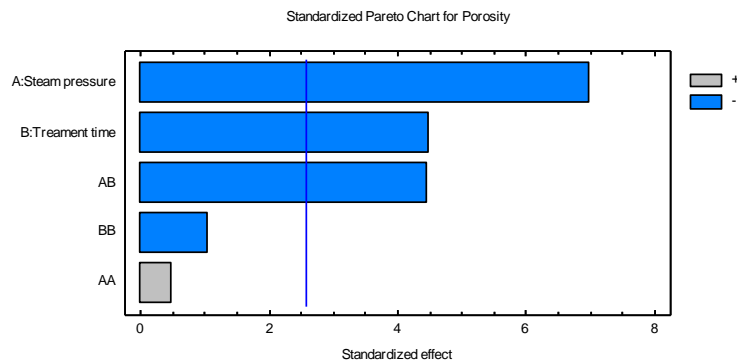


Figure III.18: Comparison of the porosity of gum arabic powder

The porosity is defined as the volume of the voids within the powder bed divided by the total volume of the bed. The porosity is directly related to the bulk density. Figure III.18 shows that the porosity of spray dried powder is always greater than that of the ground powder. After a DIC treatment stage, the porosity of ground powder is between 0.530 and 0.545 which means 4% higher than the untreated powder (0.524). However, the porosity of spray dried powder may be increased or decreased after treatment and it is between 0.614 and 0.683.

An increase of pressure and DIC processing time involves a reduction of the porosity of spray dried powder (Figure III.19). The regression model for the spray dried powder was obtained with $R^2 = 94.7\%$.

$$\text{Porosity} = 0.63073 + 0.020782*P + 0.00357259*t + 0.00256988*P^2 - 0.00203614*P*t - 0.0000293305*t^2 \quad (3.13)$$



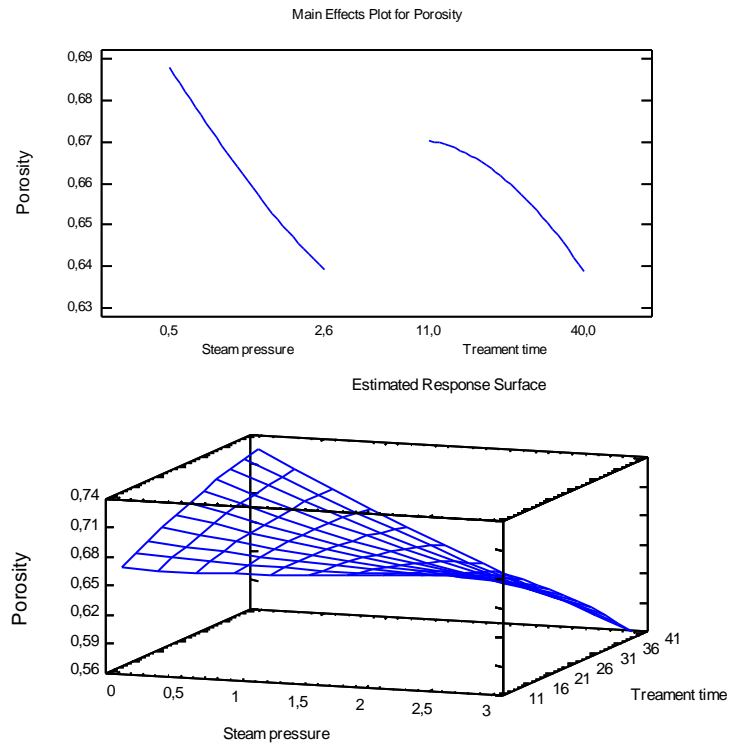
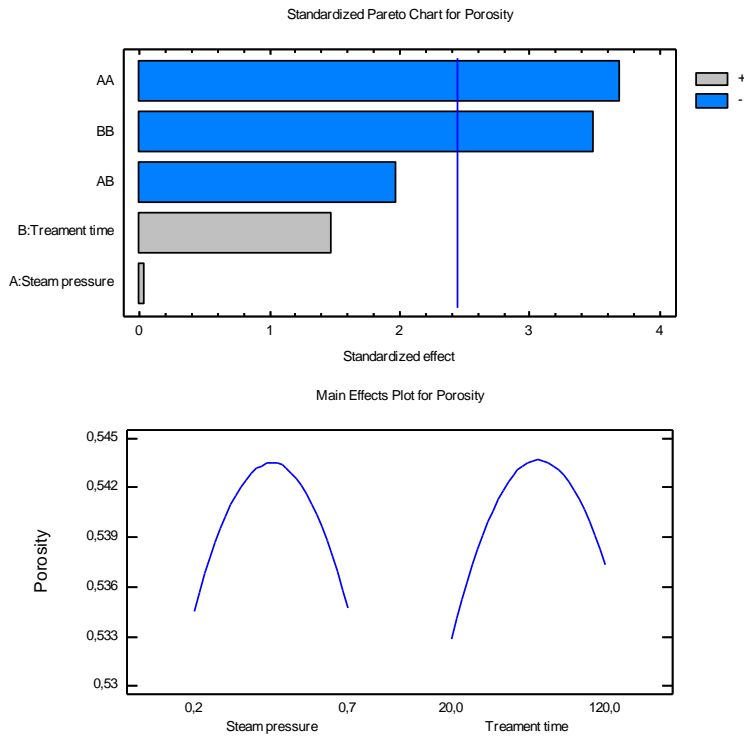


Figure III.19: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the porosity of spray-dried powder (untreated powder = 0.657)

For the ground powder, at first the porosity increases when the pressure and treatment time increases and it reaches the maximum at $P = 4.38$ bar, $t = 77$ s (Figure III.20); then it reduces with increasing pressure and processing time. The regression model in this case was found with $R^2 = 82\%$.

$$\text{Porosity} = 0.479951 + 0.161642 \cdot P + 0.000729993 \cdot t - 0.141999 \cdot P^2 - 0.000479995 \cdot P \cdot t - 0.00000334997 \cdot t^2 \quad (3.14)$$



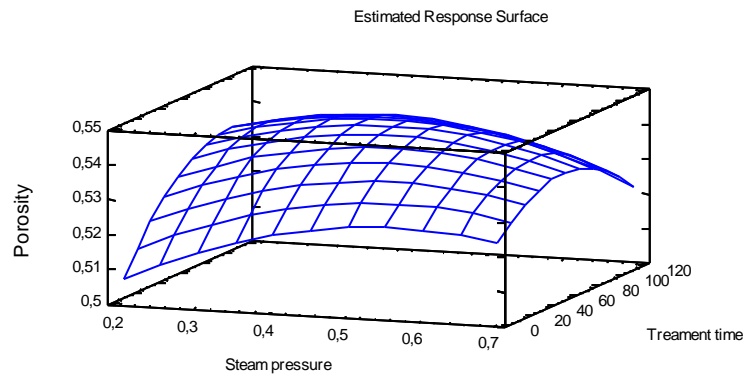


Figure III.20: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the porosity of the ground powder (untreated powder = 0.524)

The increase of porosity is a result of a great swelling and alveolus texture of particle. This can explain the reduction in the bulk density and also the micro structural modifications. Thus compressibility increases when the external and internal porosity increases. In some cases, porosity reduces because of the friability of the particles at high pressure.

III-1.2.H. Interstitial air volume

Figure III.21 expresses the comparison of interstitial air volume for all four types of gum arabic powders. This figure indicates that the interstitial air volume of spray dried powder is always greater than that of the ground powder; a light reduction of 3.4% (42.81cm^3 before the DIC treatment versus the average measured value 41.35cm^3) was found for the ground powder, while it is 11.7% (94.58cm^3 versus 83.47cm^3) for the spray dried powder.

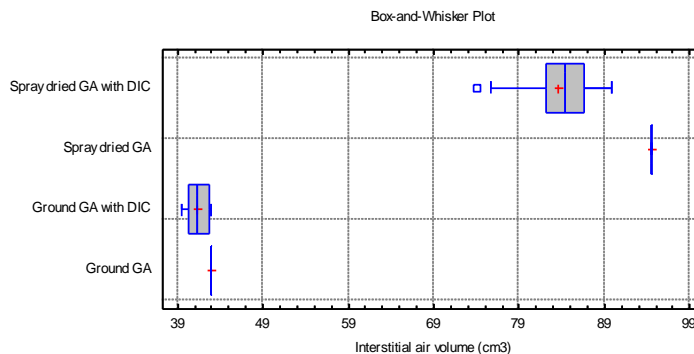


Figure III.21: Comparison of the interstitial air volume of gum arabic powder

The reduction of the interstitial air volume may be due to the fragmentation and friability of extremely swollen particles which creates smaller particles. Whereas the swelling of other particles facilitates the formation of larger particles. As a result, a wider distribution of particle size was established; subsequently small particles would fill the interstices among the larger particles. Deformability of particle shape which produced non-spherical particles is also a cause.

Figure III.22 and III.23 shows that the pressure is the factor influencing the interstitial air volume. Processing time has a negligible impact. When the pressure increases, the interstitial air volume of spray dried powder decreases while that of the ground powder increases. This can be explained by the difference in structure of the two types of powder. In effect, the particle texture of the ground powder is more compact than that of the spray dried powder.

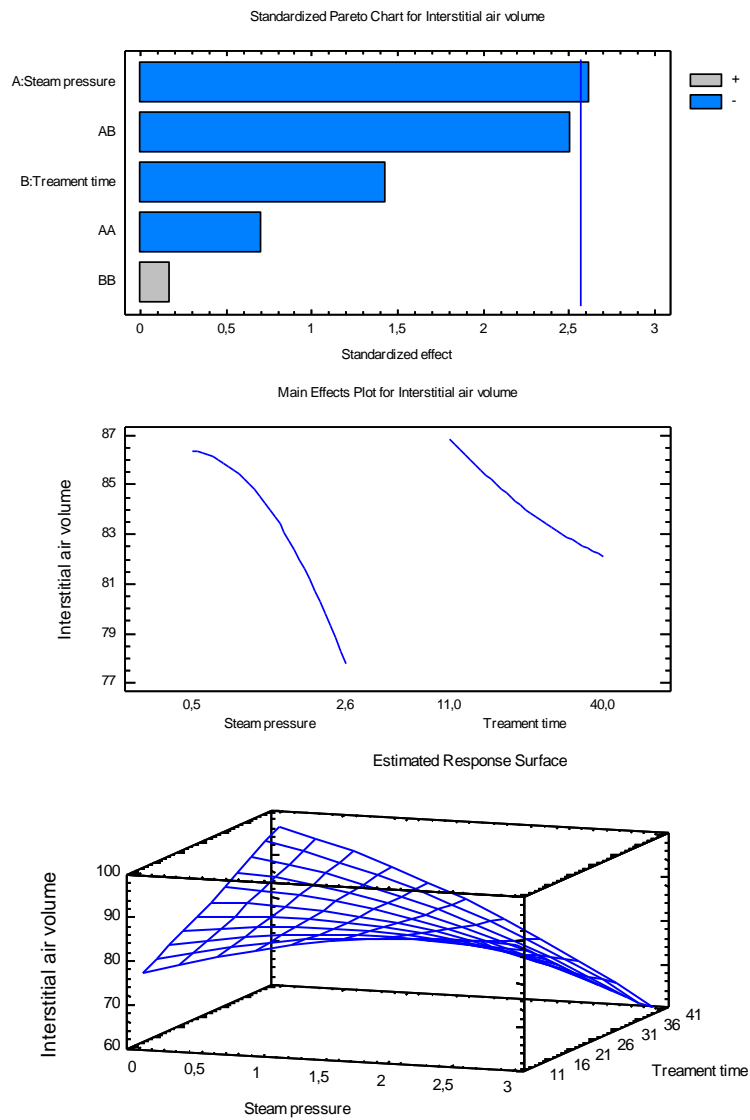
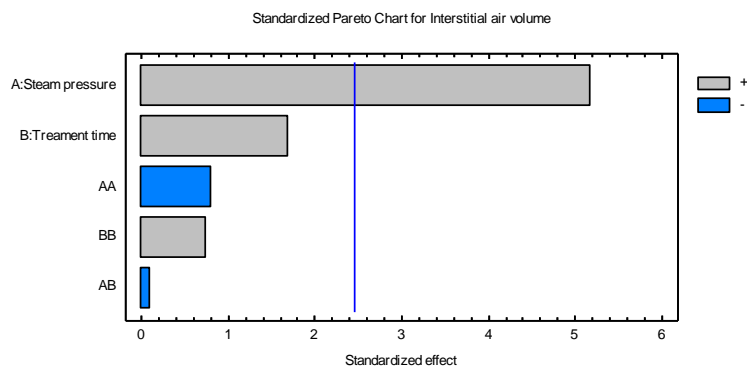


Figure III.22: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm³) of spray-dried powder (untreated powder = 94.58 cm³)

The regression model for the spray dried powder was obtained with $R^2 = 76\%$.

$$\text{Interstitial air volume} = 70.3877 + 15.1134 \cdot P + 0.559462 \cdot t - 1.76536 \cdot P^2 - 0.538131 \cdot P \cdot t + 0.00221733 \cdot t^2 \quad (3.15)$$



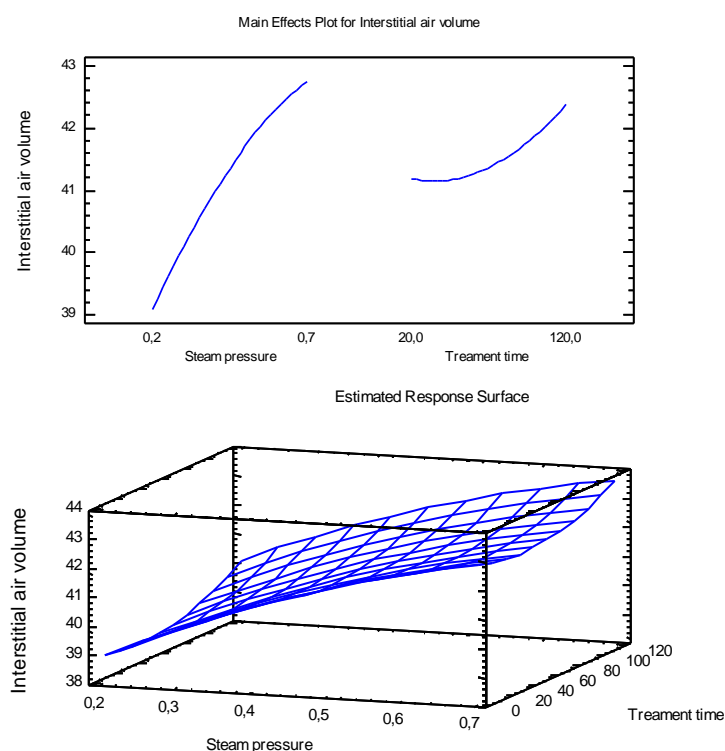


Figure III.23: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm^3) of the ground powder (untreated powder = 42.81 cm^3)

The regression model for the milled powder was found with $R^2 = 84\%$.

$$\text{Interstitial air volume} = 36.4479 + 14.0573 \cdot P - 0.00864714 \cdot t - 7.084 \cdot P^2 - 0.00572003 \cdot P \cdot t + 0.000164704 \cdot t^2 \quad (3.16)$$

III-1.2.I. Particle size distribution and surface-volume mean diameter

Particle size distribution measurement is a common method in physical, mechanical, or chemical process because it is directly related to material behavior and/or physical properties of products. The bulk density, compressibility, and flowability of a food powder are highly dependent on particle size and its distribution (Barbosa-Cánovas et al., 1987). Particle size distribution is also one of the factors affecting the flowability of food powders (Peleg, 1977). For quality control or system property description, the need to represent the particle size distribution of powders becomes paramount.

The manufacture of very fine particles in order to achieve a high specific surface can enhance the heat and mass transfer in the drying process and also the functional properties of the powder. However, this leads to many complex problems concerning transportation, cleaning, recovery, explosion hazard and thermal degradation of the product.

The particle size distribution and the surface-volume mean diameter of gum arabic powder before and after DIC treatment are expressed in the figure III.24 and III.25.

The surface-volume mean diameter (d_{sv}) of the ground powder strongly decreases after DIC treatment, about 32.3% (from $136.26 \mu\text{m}$ before the DIC to the average measured value after treatment $92.24 \mu\text{m}$) (Figure III.25). This is as a result of the high expansion ratio resulting in some pore formation inside the product. The subsequent step of grinding is facilitated thanks of the porous texture, so under given conditions of grinding, the surface-volume mean diameter is decreased compared to untreated gum arabic.

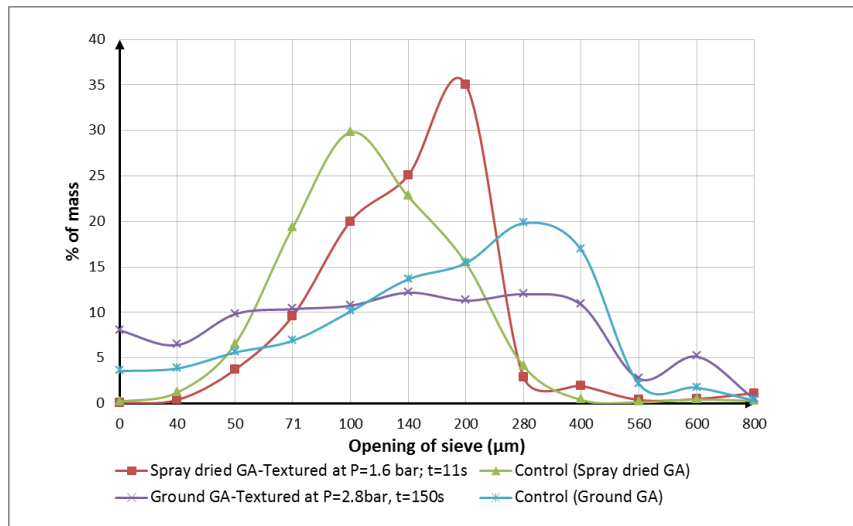


Figure III.24: Impact of DIC treatment on the particle size distribution for gum arabic powder

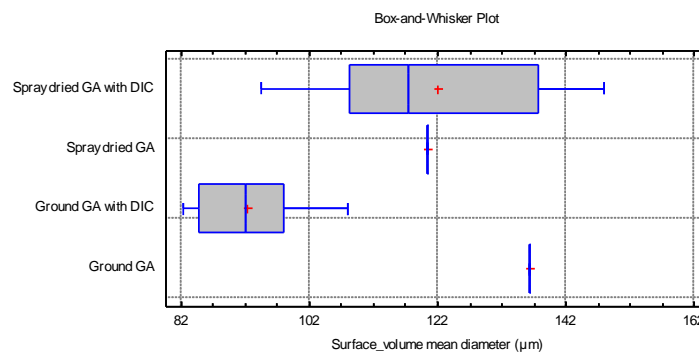


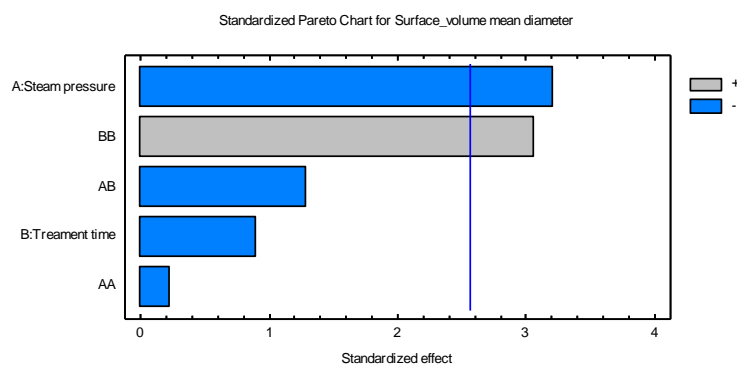
Figure III.25: Comparison of the surface-volume mean diameter of gum arabic powder

As regard the spray dried powder, because of the friability of the powder after spray-drying, the mean particle diameter may increase or decrease after a restructuring stage by DIC. But, in general, the mean diameter of spray dried powder slightly increases in comparison to the average measured value of all experimental points. Moreover, a reduction in the presence of very fine particles (50 μm and 71 μm) was observed (Figure III.24).

In relation to two operating parameters of the DIC: the more the pressure increases, the more the surface-volume mean diameter decreases. Whereas, at first the mean diameter reduces, then it slightly increases with increasing treatment time (Figure III.26 and III.27).

The relationship between the two operating parameters and the mean diameter of the spray dried powder follows a regression model with $R^2 = 82.5\%$.

$$\text{Surface-volume mean diameter} = 188.604 + 12.2683 \cdot P - 5.39479 \cdot t - 1.83324 \cdot P^2 - 0.873569 \cdot P \cdot t + 0.126059 \cdot t^2 \quad (3.17)$$



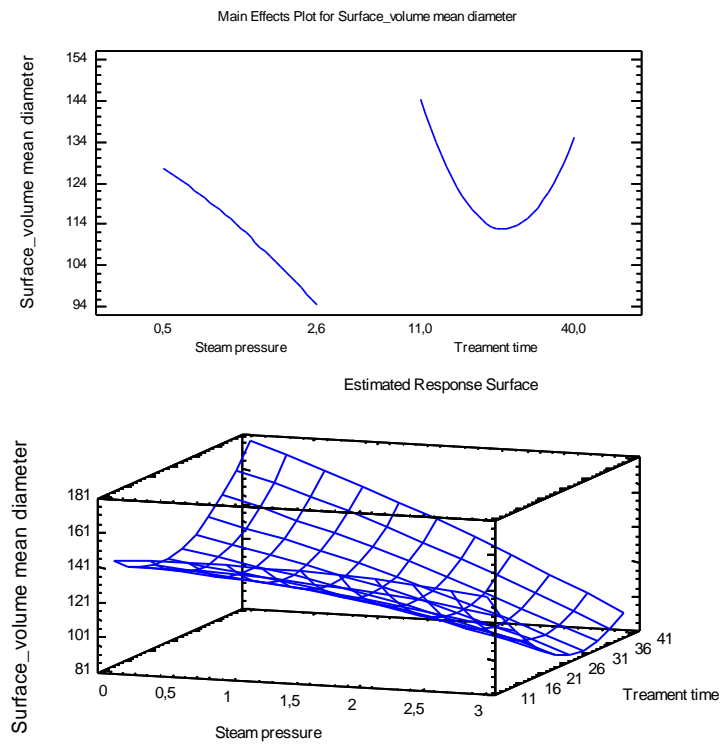
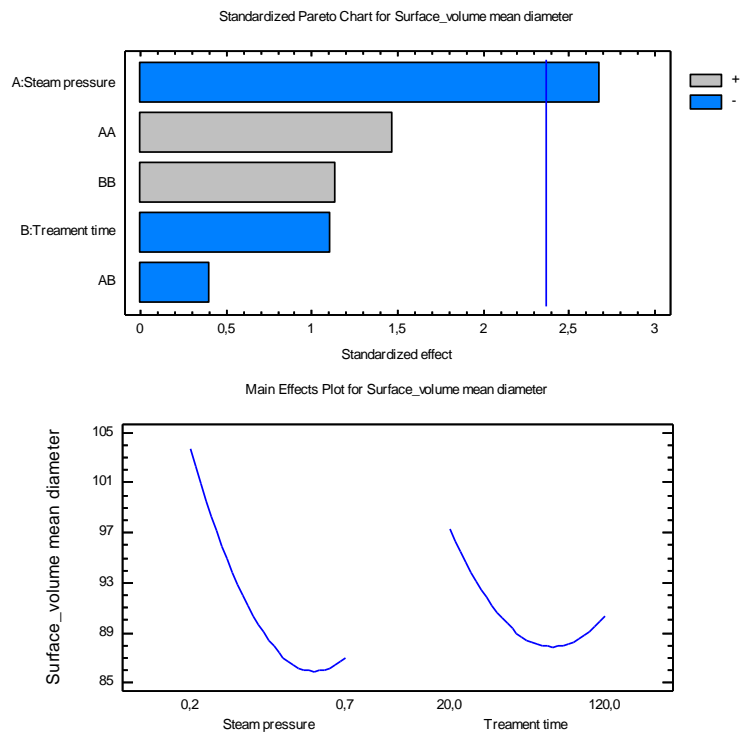


Figure III.26: Impact of pressure (bar) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of spray-dried powder (untreated powder = $120.3 \mu\text{m}$)



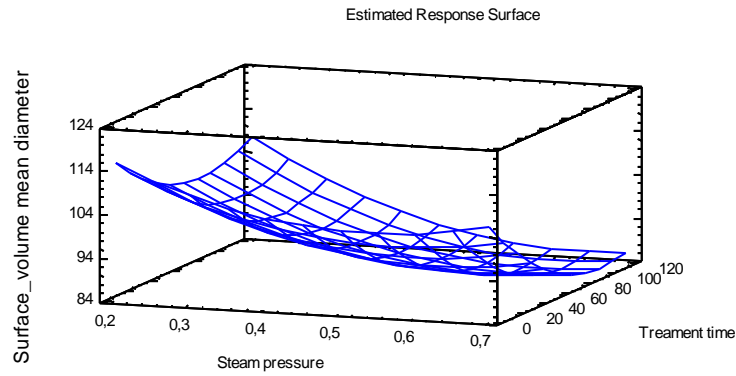


Figure III.27: Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of the ground powder (untreated powder = $136.26 \mu\text{m}$)

For the ground powder, the regression model with $R^2 = 62\%$ is:

$$\text{Surface-volume mean diameter} = 135.057 - 119.571*P - 0.279757*t + 111.223*P^2 - 0.198799*P*t + 0.00214658*t^2 \quad (3.18)$$

III-1.2.J. Drying kinetics

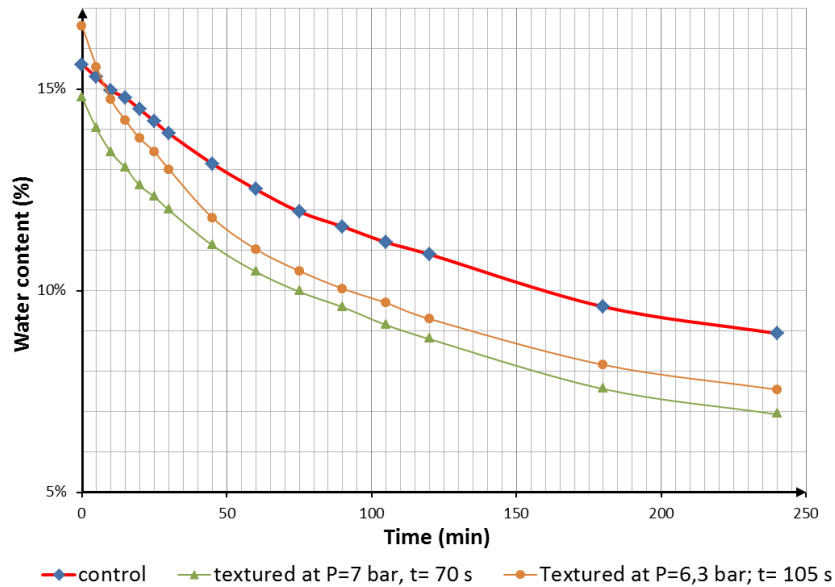


Figure III.28: Drying kinetics for the ground gum arabic powder (at 50°C)

The figure III.28 illustrates the drying kinetics of ground powder before and after DIC treatment. It is clear that the restructuring stage by DIC has a significant influence on the drying kinetics. The swelling and the formation of pores inside the particle together with its alveolar structure reinforced heat and mass transfer between the particles and the drying air. The transport of water from the interior of particle to the outside takes place more rapidly than that of the untreated gum arabic which has a more compact texture. For example, the water content of the untreated ground powder (control) reaches 9% after 4 hours of drying, whereas the ground powder textured at $P = 7 \text{ bar}$, $t = 70 \text{ s}$ can achieve the water content of 9,5% after only 90 minutes and it is 9% after 110 minutes. Therefore, the drying time of gum arabic decreased significantly after DIC treatment and this implies a significant reduction in energy consumption.

III-1.3. CONCLUSION

The results obtained show that the production methods of gum arabic powder associated with a restructuring stage by DIC enable us to control and improve the properties of the powder. The DIC treatment can cause a controlled increase in the packed bulk density, filling rate, compressibility,

porosity; a reduction in the aerated bulk density and interstitial air volume. The formation of a large quantity of pores inside the raw gum arabic after the DIC facilitated the subsequent grinding operation and intensified the drying kinetics. This resulted in a significant reduction of the drying time and energy consumption.

Depending on the needs of consumers and producers, the production method of gum arabic powder can be appropriately selected. In general, the spray drying process associated with DIC treatment produces the best quality gum arabic powder. It is particularly suitable for applications in the pharmaceutical and food industry. However, the costs of initial investment and production are too high; this leads to an increase in the product price, making it less competitive in the market while the quality of the gum arabic powder which is produced by grinding process associated with DIC treatment was appreciably improved. Furthermore, the cost of operation and production is much lower than the spray drying process. The milled powder can be applied in the domain of food, textile, cosmetic, painting and photography.

Regarding two operating parameters studied, the pressure is the strongest factor influencing the properties of gum arabic powder. Selecting an appropriate pressure plays a decisive role in controlling the properties of powders. A low pressure applied may be insufficient to alter the structure of the particles; moreover it can cause agglomeration of the particles when the processing time is long enough. However, with a very high pressure, the particles can be extremely swollen and this will cause the fragmentation phenomenon of the particles. The pressure and DIC processing time will be decided depending on the controlled quality of the final product. For example, in this study, in order that the milled powder can achieve the maximum compressibility and porosity together with the minimum aerated bulk density, the optimal pressure and DIC treatment time are 2.5 bar and 69s.

CHAPITRE III-2.

OPTIMISATION DES CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ATOMISEUR DANS LA FABRICATION DU MELANGE DE POUDRES DE GOMME ARABIQUE ET MALTODEXTRINE

III-2.1. RESUME

Le mélange de la gomme arabique (GA) et la maltodextrine (MD) comme un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation est produit pour remplacer la poudre de la gomme arabique 100% en vue de diminuer le prix du matériau de paroi, d'améliorer la solubilité et la reconstitution de l'émulsion dans l'eau, à la fois d'augmenter l'efficacité de l'encapsulation.

Le but de ce chapitre est d'examiner les impacts du taux MD/GA et la température de l'air entrant dans l'opération d'atomisation; finalement d'optimiser les conditions opératoires de l'atomiseur pour trouver un taux MD/GA optimum et une température de séchage appropriée. Les résultats obtenus montrent que : quand le taux MD/GA augmente, le débit d'alimentation, la teneur en eau du produit, la masse volumique tassée, la masse volumique intrinsèque augmentent tandis que la température de l'air sortant diminue. Une augmentation de température de l'air entrant implique une réduction de la teneur en eau du produit, de la masse volumique intrinsèque, du volume de l'air interstitiel ; et un accroissement du débit d'alimentation, de la température de l'air sortant, de la masse volumique apparente simple et tassée. Deux paramètres optimaux obtenus sont le taux MD/GA = 0,615 et la température de l'air entrant $T_e = 258^\circ\text{C}$.

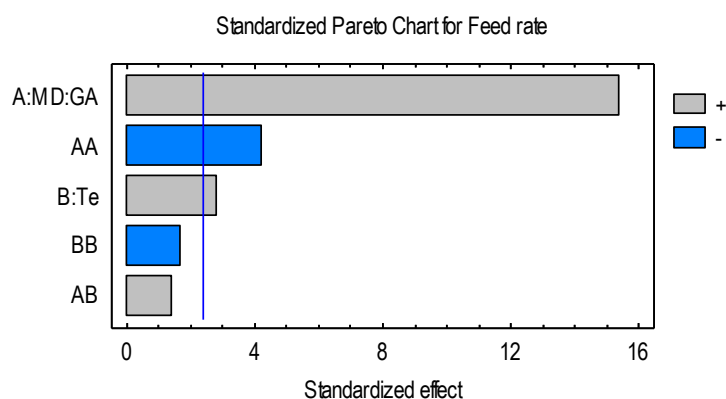
III-2.2. RESULTATS ET DISCUSSION

Tous les résultats de calcul et d'expérience sont représentés dans les tableaux VII-6 dans la Partie VII - Annexes. Les analyses basées sur les résultats obtenus sont exprimées ci-après.

III-2.2.A. Impacts du taux MD/GA et de la température de l'air entrant

III-2.2.A.1. Débit d'alimentation

L'impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (T_e) sur le débit d'alimentation de l'atomiseur est représenté dans la figure III.29. Cette figure montre que le débit d'alimentation croît quand le taux MD/GA et la température T_e augmentent. L'influence de la température de l'air entrant T_e est négligeable alors que le taux MD/GA influe clairement sur le débit d'alimentation. Cela prouve que une augmentation du taux MD/GA implique une diminution de la viscosité de la solution d'alimentation. C'est pourquoi, la quantité de la solution qui est introduite dans la chambre de séchage croît significativement.



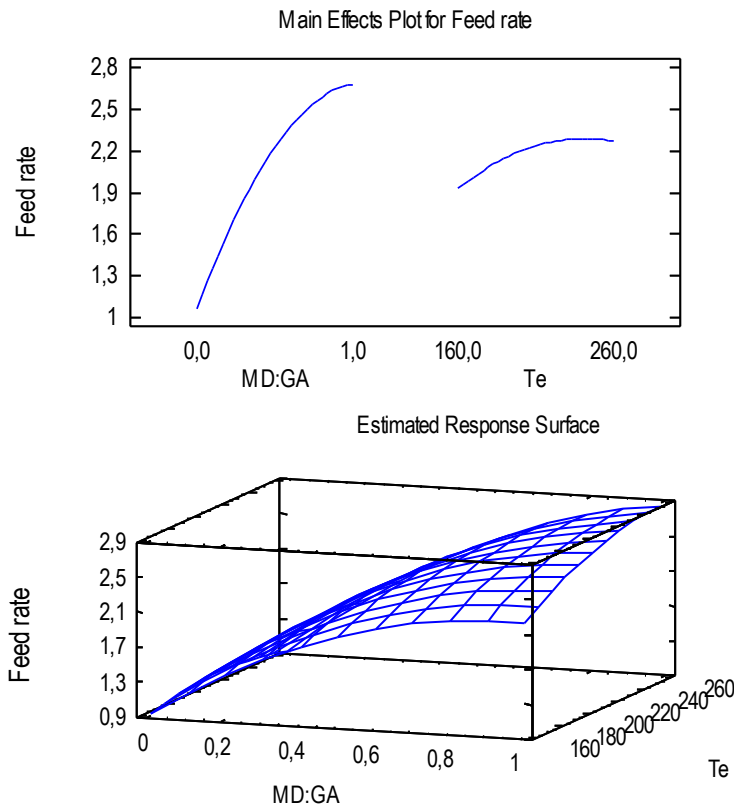


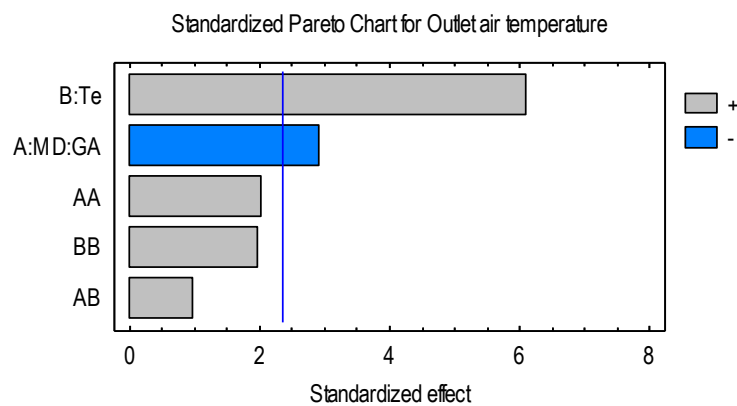
Figure III.29: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur le débit d'alimentation (ml/s)

La relation entre le taux MD/GA et la température de l'air entrant avec le débit d'alimentation suit un modèle de régression avec $R^2 = 97,5 \%$.

$$\begin{aligned} \text{Débit d'alimentation} = & -1,33576 + 1,71922*(MD:GA) + 0,0226841*Te - \\ & 1,44348*(MD:GA)^2 + 0,00633321*(MD:GA)*Te - 0,0000535277*Te^2 \end{aligned} \quad (3.19)$$

III-2.2.A.2. Température de l'air sortant

La température de l'air sortant (T_s) est l'un des paramètres importants qui décide la qualité de la poudre atomisée. L'augmentation de la température T_s permet à la teneur en eau nécessaire de la poudre d'atteindre facilement. Mais si la température T_s est extrêmement élevée, la poudre atomisée peut être brûlée et dégradée à cause de la chaleur extrême. Une diminution de la température T_s peut entraîner une poudre humide, il est difficile d'obtenir la sécheresse nécessaire.



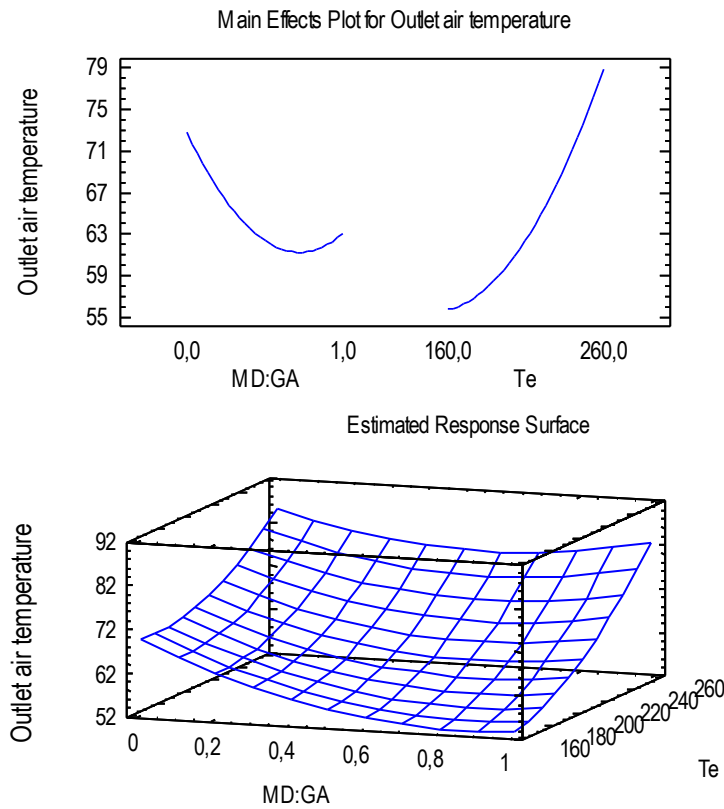


Figure III.30: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la température de l'air sortant (°C)

Dans les deux paramètres étudiés, la température de l'air entrant (T_e) a une influence plus importante que le taux MD/GA sur la température de l'air sortant. La figure III.30 indique que plus la température T_e croît, plus la température T_s croît, tandis que une hausse du taux MD/GA implique une réduction de la température T_s . La température T_s diminue, car la quantité de la solution dans la chambre de séchage augmente avec la hausse du taux MD/GA. Le modèle de régression dans ce cas est obtenu avec $R^2 = 89,3 \%$.

$$T_s = 126,156 - 60,1313*(MD:GA) - 0,671252*Te + 22,0572*(MD:GA)^2 + 0,135396*(MD:GA)*Te + 0,00198428*Te^2 \quad (3.20)$$

III-2.2.A.3. Teneur en eau de la poudre

La teneur en eau de la poudre est le premier paramètre de qualité qui est exigée au cours de la conception et du fonctionnement d'un système de séchage par atomisation. L'humidité de la poudre concerne aussi plusieurs autres problèmes importants tels que l'efficacité de récupération du produit sec, le dépôt et l'adhésion de la poudre dans la chambre de séchage, ainsi que le problème de nettoyage du système, etc.

La figure III.31 présente l'impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (T_e) au cours du séchage par atomisation sur la teneur en eau du produit fini. Il est clair que quand la température de l'air entrant (T_e) augmente, la vitesse d'évaporation des particules augmente, donc la teneur en eau du produit diminue rapidement. Le taux MD/GA a aussi une influence légère sur l'humidité de la poudre. Une hausse du taux MD/GA entraîne une réduction de la viscosité de la solution, et le débit d'alimentation croît. Par conséquent, l'humidité de la poudre croît. Toutefois, la température T_e est le facteur plus fort influant sur la teneur en eau du produit fini.

Le modèle empirique est obtenu avec $R^2 = 67,2 \%$.

$$Teneur\ en\ eau = -26,4672 + 41,5831*(MD:GA) + 0,304051*Te - 4,93922*(MD:GA)^2 - 0,166015*(MD:GA)*Te - 0,000656324*Te^2 \quad (3.21)$$

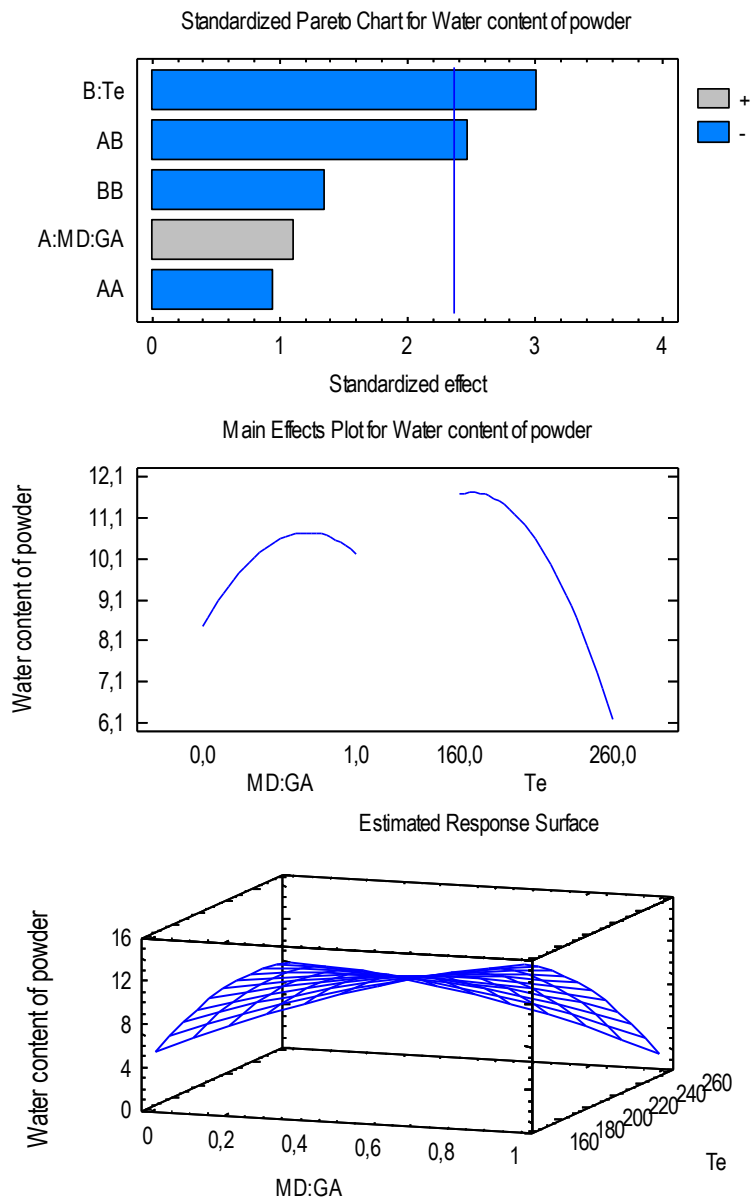


Figure III.31: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la teneur en eau de la poudre (%)

III-2.2.A.4. Masse volumique apparente simple

La figure III.32 montre la dépendance de la masse volumique apparente simple (ρ_a) en fonction du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (T_e). La température T_e a une grande influence sur la masse volumique apparente ρ_a . Plus la température T_e augmente, plus la masse volumique apparente ρ_a augmente. Pour les matériaux fragiles, si la température de l'air entrant augmente excessivement, le processus de vaporisation se passera trop vite, donc les particules ont tendance à être gonflées, brisées ou désagrégées. Il en résulte que les fractions minuscules seront agglomérées en poudre avec la masse volumique plus élevée. Quant au taux MD/GA, la masse volumique apparente ρ_a peut augmenter ou diminuer avec une hausse du taux MD/GA. La masse volumique ρ_a diminue quand le taux MD/GA croît de 0 à 0,45; ensuite elle augmente avec un taux MD/GA supérieur à 0,45. Cela peut être expliqué par l'impact de la viscosité de la solution à atomiser sur la formation des particules dans la buse pneumatique. Initialement, l'influence de la viscosité est négligeable quand le taux MD/GA inférieur à 0,45. Les particules plus grosses peuvent être formées avec les pores en raison de l'évaporation rapide de l'humidité. Par conséquent, la masse volumique apparente simple diminue. Avec le taux MD/GA supérieur à 0,45, la viscosité de la solution diminue considérablement. La masse volumique ρ_a du produit augmente, car la poudre avec les particules plus fines et une bonne homogénéité est obtenue.

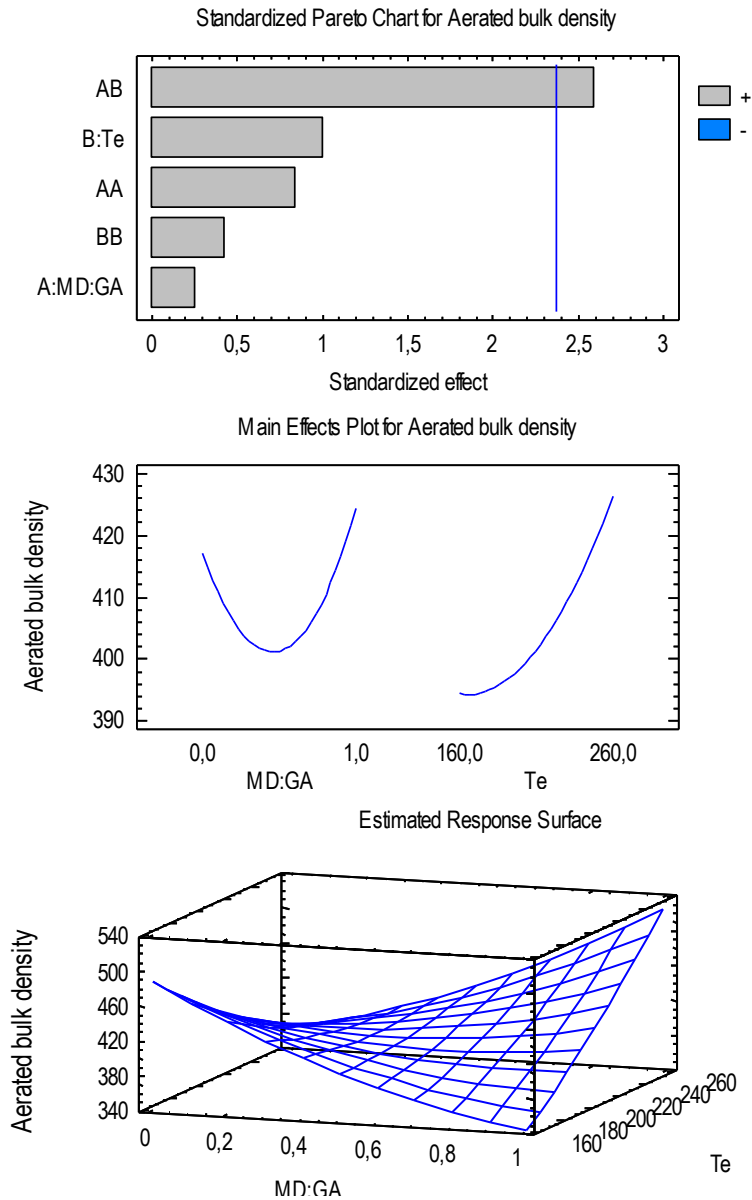


Figure III.32: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique apparente simple (kg.m⁻³)

Le modèle de régression avec $R^2 = 52,1 \%$ a été trouvé.

$$\rho_a = 829,806 - 710,456*(MD:GA) - 2,7242*Te + 77,2899*(MD:GA)^2 + 3,04956*(MD:GA)*Te + 0,00361318*Te^2 \quad (3.22)$$

III-2.2.A.5. Masse volumique tassée

La masse volumique tassée (ρ_p) d'une poudre dépend étroitement de la taille et de la forme des particules. Dans cette étude, la masse volumique tassée de la poudre atomisée augmente quand à la fois le taux MD/GA et la température T_e augmentent (Figure III.33). L'augmentation de la température T_e peut entraîner une désagrégation des particules fragiles; et après le réarrangement en tapant, les particules fines vont remplir les vides entre les particules plus grosses. Il en résulte que la masse volumique tassée croît.

De plus, une diminution de la viscosité de la solution causée par une hausse du taux MD/GA aide à réduire des particules non-sphériques et sous forme de filament dans le produit fini. Cela augmente également la masse volumique tassée du produit. La dépendance de la masse volumique tassée au taux MD/GA et à la température T_e suit un modèle de régression suivant avec $R^2 = 59,1 \%$.

$$\rho_p = 880,733 - 827,008*(MD:GA) - 0,398013*Te + 15,0497*(MD:GA)^2 + 4,10542*(MD:GA)*Te - 0,00286344*Te^2 \quad (3.23)$$

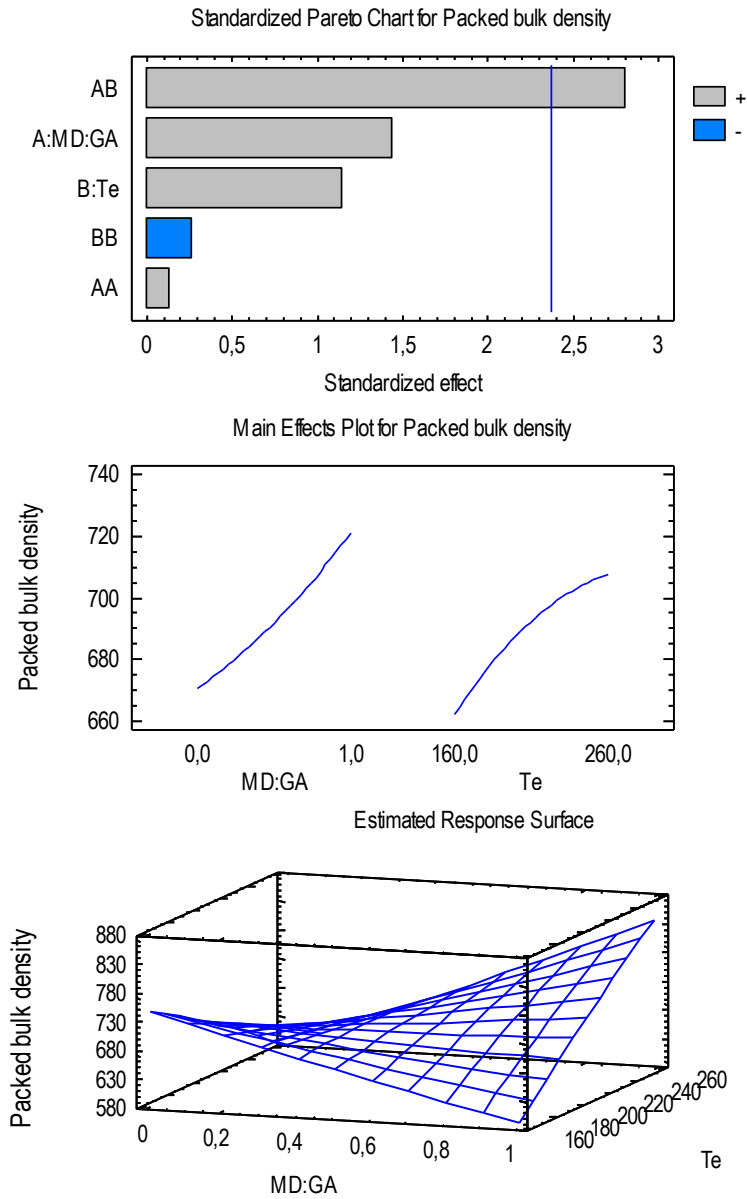


Figure III.33: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique tassée (kg.m^{-3})

III-2.2.A.6. Masse volumique intrinsèque

La figure III.34 indique que le taux MD/GA a une influence plus forte que la température T_e sur la masse volumique intrinsèque (ρ_{int}). Cependant, l'influence de tous ces deux paramètres est assez faible. Quand la température (T_e) augmente de 160 °C à 260 °C, la masse volumique intrinsèque diminue de 1369 kg/m^3 à 1293 kg/m^3 (le maximum et le minimum de la courbe). Cela signifie qu'elle diminue d'environ 5,5% tandis qu'elle croît d'environ 10,8% (de 1244 kg/m^3 à 1378 kg/m^3) quand le taux MD/GA augmente de 0 à 1. L'augmentation de la masse volumique intrinsèque est due à la présence de plus en plus nombreuse de maltodextrines dans le mélange de poudre. De plus, la température de séchage élevée peut causer une légère modification de la composition chimique de la gomme arabique et de la maltodextrine. Cela implique une légère baisse de la masse volumique intrinsèque.

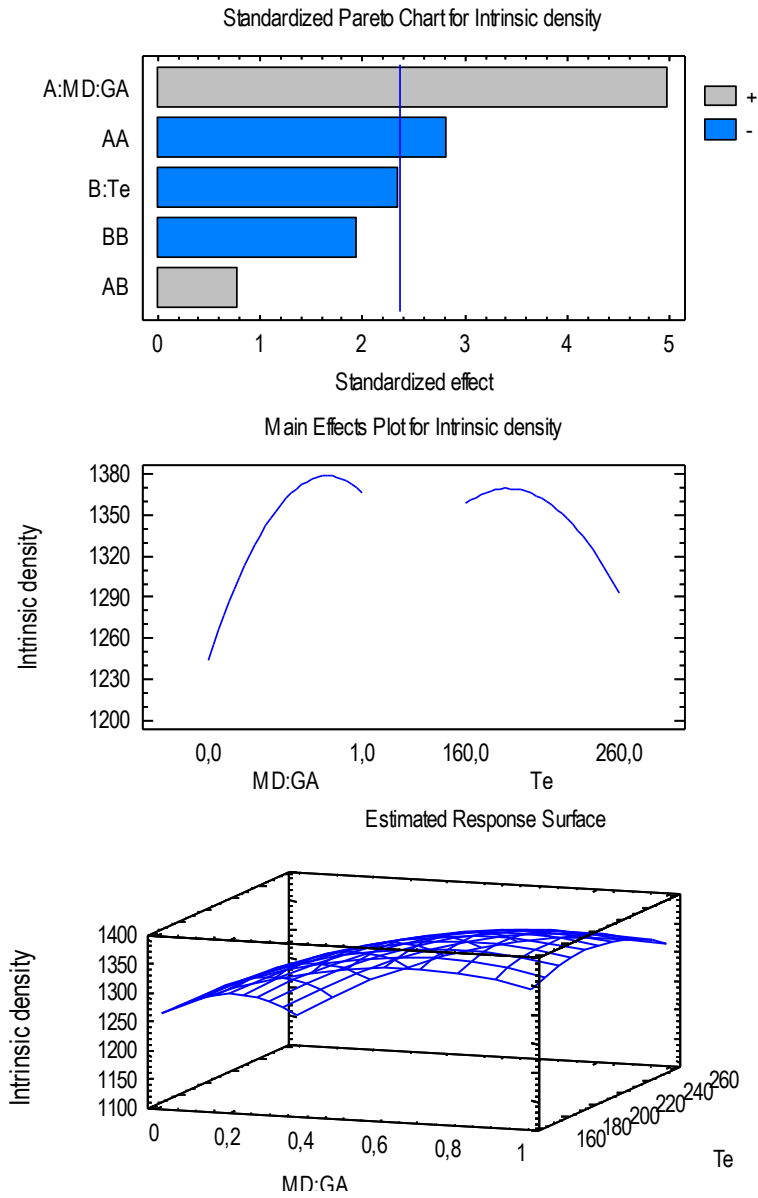


Figure III.34: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique intrinsèque (kg.m⁻³)

Le modèle de régression avec $R^2 = 87 \%$ est donné ci-après.

$$\rho_{int} = 827,204 + 177,239*(MD:GA) + 5,02675*Te - 225,84*(MD:GA)^2 + 0,811076*(MD:GA)*Te - 0,0144802*Te^2 \quad (3.24)$$

III-2.2.A.7. Volume de l'air interstitiel

Dans cette étude, la valeur moyenne mesurée du volume de l'air interstitiel pour le mélange de poudre atomisée de la gomme arabique et de la maltodextrine est 70,28 cm³. L'impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (T_e) sur le volume de l'air interstitiel (V_{ai}) est représenté dans la figure III.35. Selon cette figure, une hausse du taux MD/GA implique une légère réduction du volume V_{ai} . Alors que la température T_e augmente de 160 °C à 260 °C, le volume V_{ai} diminue plus nettement à cause de la désagrégation des particules fragiles à la température de séchage élevée.

La relation entre les deux paramètres étudiés et le volume de l'air interstitiel suit un modèle de régression avec $R^2 = 51,2 \%$.

$$V_{ai} = -2,18147 + 190,842*(MD:GA) + 0,39463*Te - 14,264*(MD:GA)^2 - 0,853729*(MD:GA)*Te - 0,00025996*Te^2 \quad (3.25)$$

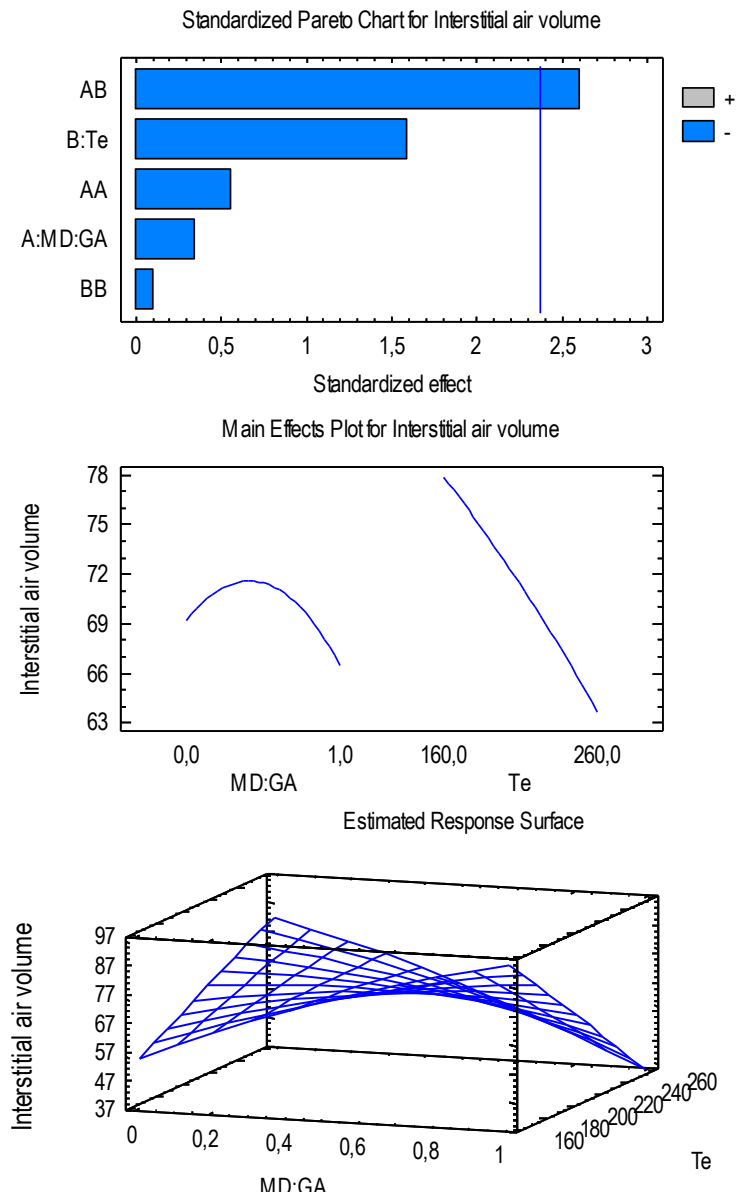


Figure III.35: Impact du taux MD/GA et de la température de l'air entrant (°C) sur le volume de l'air interstitiel (cm³)

III-2.2.B. Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur

Le fonctionnement d'un système de séchage par atomisation dépend de plusieurs facteurs tels que l'efficacité thermique, l'efficacité de récupération du produit, le transfert de chaleur et de masse dans la chambre de séchage, les propriétés physiques et chimiques du produit, ect. Dans le cadre de cette étude, afin d'optimiser des conditions opératoires de l'atomiseur, deux paramètres suivants sont choisis:

- **Le débit d'alimentation** : l'obtention d'un débit d'alimentation maximal permet d'augmenter le rendement du système de séchage, de profiter au maximum de la capacité de la buse et d'augmenter l'efficacité de transfert de chaleur et de masse entre la matière première et l'air chaude. Cela aide également à améliorer l'efficacité en termes d'utilisation de l'énergie du système.

- **La teneur en eau du produit fini**: dans tous les systèmes de séchage, l'humidité du produit fini est le premier paramètre de qualité qui est considéré lors de la conception, ainsi que du fonctionnement du système. En plus, l'augmentation du débit d'alimentation dans l'opération d'atomisation

implique généralement une augmentation de l'humidité de la poudre. L'acquisition d'un minimum de la teneur en eau du produit fini dans ce cas permet de garantir la qualité du produit, ainsi que d'accroître la capacité de conservation et la stabilité de la poudre.

Les deux équations de régression (3.19) et (3.21) ont été utilisées pour optimiser à l'aide du logiciel Statgraphics Centurion XV version 15. Le débit d'alimentation maximal pouvant être obtenu pour le sécheur APV-PSD 52 est 2,5 ml/s. La teneur en eau minimale du produit fini pouvant être atteinte pour ce débit d'alimentation est 5,6 %. Deux paramètres opératoires optimaux sont :

- le taux MD/GA optimal = 0,615 et
- la température optimale de l'air entrant = 258 °C.

III-2.3. CONCLUSION

Le taux MD/GA et la température de l'air entrant sont deux paramètres importants dans la fabrication du mélange de poudre de la gomme arabique et la maltodextrine par atomisation. L'étude de l'impact de ces deux paramètres sur le fonctionnement de l'atomiseur et les propriétés du produit, ainsi que leur optimisation contribue à augmenter le rendement, contrôler la qualité du produit et améliorer l'efficacité en termes de gestion de l'énergie.

Tous les résultats obtenus montrent que: la température de l'air entrant a une influence plus forte sur les propriétés du produit, tandis que le taux MD/GA influe plus nettement sur le débit d'alimentation. Le débit d'alimentation, la teneur en eau du produit, la masse volumique tassée, la masse volumique intrinsèque augmentent alors que la température de l'air sortant diminue avec une hausse du taux MD/GA. Une augmentation de température de l'air entrant implique une réduction de la teneur en eau du produit, de la masse volumique intrinsèque, du volume de l'air interstitiel ; et un accroissement du débit d'alimentation, de la température de l'air sortant, de la masse volumique apparente simple et tassée. Après avoir optimisé pour acquérir le maximum du débit et le minimum de la teneur en eau du produit, deux paramètres optimaux obtenus sont le taux MD/GA = 0,615 et la température $T_e = 258$ °C.

Dans le cadre de cette étude, nous avons seulement abordé les impacts en termes de fonctionnement de l'atomiseur et quelques propriétés fondamentales de la poudre. En tant qu'un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation, il y a encore beaucoup de recherches que nous espérons pouvoir effectuer dans les projets futurs, par exemple les propriétés émulsifiantes et filmogènes, l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules, ect.

CHAPITRE III-3.

COMPARATIVE STUDY OF METHODS FOR PRODUCING SOYBEAN POWDER AND THE IMPACT OF DIC TREATMENT ON THE PROPERTIES OF THE PRODUCT

III-3.1. ABSTRACT

The purpose of this chapter is to compare different methods of producing soybean powder by comparing the properties of powders (through the analyses of technological, physical and structural properties), in order to meet the requirements in the selection of a suitable production process according to the needs of consumers and producers; at the same time, the impact of DIC treatment (the treatment time and the steam pressure) on the quality of the powder are also analyzed.

The soybean powder was produced according to four methods:

- Method 1: Soybean powder was produced by the grinding operation
- Method 2: Inserting a restructuring stage by DIC (Instant controlled pressure-drop) in the classic grinding protocol (Figure II.9)
- Method 3: Soybean powder was produced by the conventional spray drying (Figure II.10 and II.11)
- Method 4: Soybean powder was produced by spray drying, using gum arabic and maltodextrin as the drying aid (Figure II.10 and II.12).

Properties of the final product were compared and the results show that DIC treatment enables us to control and improve the properties of the soybean powder. The DIC treatment can cause a controlled increase in the compressibility, porosity, interstitial air volume, oil holding capacity and water holding capacity; a reduction in the aerated bulk density, packed bulk density, wettability index and surface-volume mean diameter of powder. It also facilitated the subsequent grinding and intensified the drying kinetics. The impact of pressure and DIC treatment time were examined. Pressure is the strongest factor influencing the properties of the soybean powder. Selecting an optimal pressure and treatment time plays a decisive role in controlling the properties of powders.

III-3.2. RESULTS AND DISCUSSION

All the results of calculation and experiment are shown in the tables VII-7, VII-8, VII-9, VII-10, VII-11 and VII-12 in Part VII - Annexe. Analyzes based on the results obtained are given below.

III-3.2.A. Aerated bulk density (ρ_a)

The experimental results show that the aerated bulk density of the soybean powder decreases after a restructuring stage by DIC (Table III-4 and figure III.36).

Table III-4 : Aerated bulk density of soybean powders

Soybean powder	Aerated bulk density (kg/m ³)
Untreated ground powder (control)	490.30
Ground powder treated with DIC : P = 7 bar ; t = 70s	408.00
Ground powder treated with DIC : P = 2.7 bar ; t = 105s	462.30
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	430.29
Spray dried soybean powder (average)	411.06
Spray dried powder with MD/GA (average)	427.90

The DIC treatment promotes the formation of large amounts of pores within the granule. Therefore, the aerated bulk density decreases for all our trials. The average reduction is 12.24% (430.29 kg.m^{-3} versus 490.3 kg.m^{-3}) and the maximum decrease is 17% for the test at $P = 7 \text{ bar}$ and $t = 70 \text{ s}$ ($\rho_a = 408 \text{ kg.m}^{-3}$ versus 490.3 kg.m^{-3} of the untreated powder).

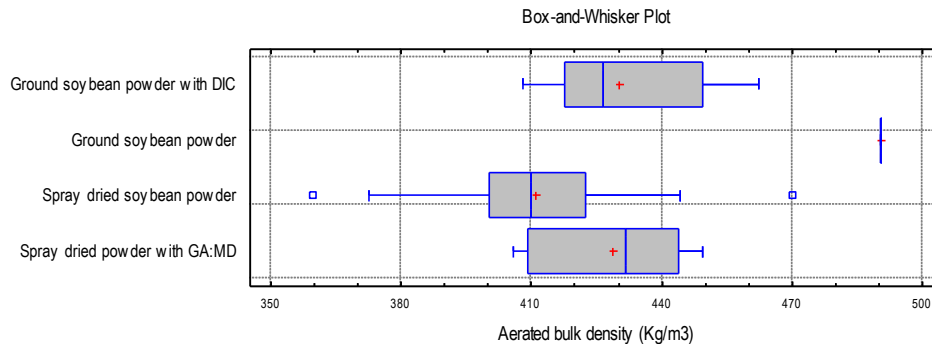
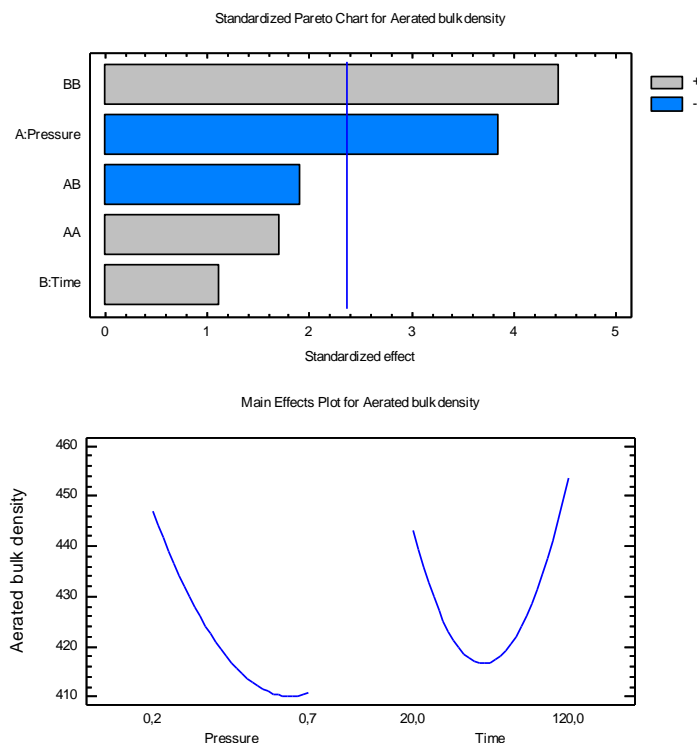


Figure III.36 : Comparison of the aerated bulk density of soybean powders

In comparison with the spray dried soybean powder, the aerated bulk density of untreated ground powder is higher by about 19.3% (490.3 kg.m^{-3} vs 411.06 kg.m^{-3}), and 14.6% compared to the spray dried powder with MD/GA (490.3 kg.m^{-3} vs 427.9 kg.m^{-3}). The aerated bulk density of ground powder treated with DIC is not significantly higher than spray dried powder (about 4.5% and 0.4% in case of using MD/GA). The use of gum arabic and maltodextrin in spray drying the soybean powder causes an increase of 4.1% in the aerated bulk density of powder (411.06 kg.m^{-3} vs 427.9 kg.m^{-3}).

In regard to the impact of operating parameters of the DIC (Figure III.37), the analysis shows that the aerated bulk density initially decreases when the pressure and treatment time increases and reaches its minimum at $P_{\min} = 0.66 \text{ MPa}$ and $t_{\min} = 78 \text{ s}$. Whereas lengthening the treatment time from 78s leads to an increase of the aerated bulk density.



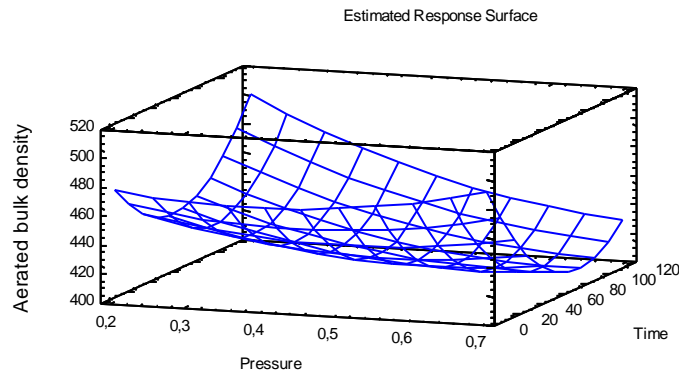


Figure III.37 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the aerated bulk density (kg.m^{-3}) of the soybean powder (ρ_a untreated = 490.3 kg.m^{-3})

This is due to the friability and a spongy alveolus texture of granules under the effect of the abrupt autovaporization when the processing time is long enough. Great expanded piece has a tendency to form fine particles after grinding. These fines may contribute to a new arrangement of particles filling the voids between the larger particles. The pressure, processing time and the aerated bulk density follows a regression model given with $R^2 = 85\%$.

$$\rho_a = 498.448 - 148.139 \cdot P - 1.02092 \cdot t + 195.618 \cdot P^2 - 1.43198 \cdot P \cdot t + 0.0126477 \cdot t^2 \quad (3.26)$$

III-3.2.B. Packed bulk density (ρ_p)

The packed bulk density ρ_p expresses the aptitude of powder to lose a part of its volume through compressing or tapping. The restructuring stage by DIC has a clear influence on the packed bulk density.

Table III-5 : Packed bulk density of soybean powder

Soybean powder	Packed bulk density (kg/m^3)
Untreated ground powder (control)	684.78
Ground powder treated with DIC : P = 6.3 bar ; t = 105s	585.21
Ground powder treated with DIC : P = 2 bar ; t = 70s	651.43
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	613.38
Spray dried soybean powder (average)	588.89
Spray dried powder with MD/GA (average)	649.66

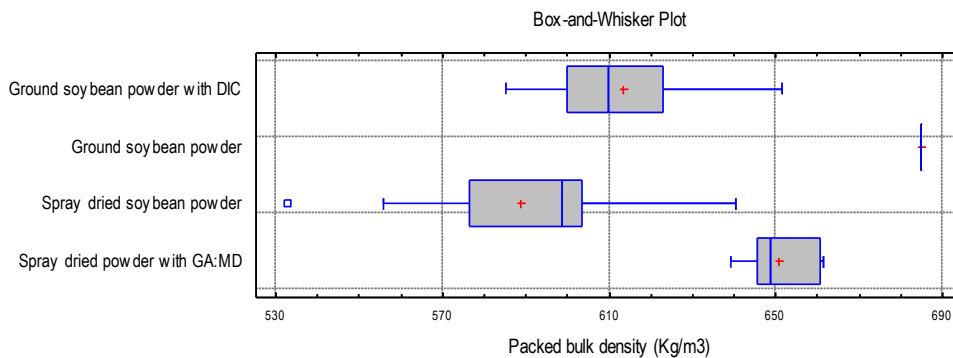


Figure III.38 : Comparison of the packed bulk density of soybean powders

In this study, the packed bulk density decreases after the DIC treatment (Table III-5 and figure III.38). A maximum reduction of 15% was observed for the treated powder at $P = 6.3$ bar and $t = 105$ s ($\rho_p = 585.21 \text{ kg.m}^{-3}$ versus 684.78 kg.m^{-3} of the untreated powder). The average decrease is 10.43% (613.38 kg.m^{-3} vs 684.78 kg.m^{-3}).

Figure III.38 also shows the differences among the packed bulk densities of the ground powder and spray dried powder. The untreated ground powder has the highest tap density because of compact structure of the particles. It is higher by 16.3% compared to the spray dried powder (684.78 kg.m^{-3} vs 588.89 kg.m^{-3}). With the use of MD/GA as the drying aid in spray drying, packed bulk density increases by 10.3% (588.89 kg.m^{-3} vs 649.66 kg.m^{-3}). It is even higher than the ground powder treated with DIC by about 6 % (613.38 kg.m^{-3} vs 649.66 kg.m^{-3}).

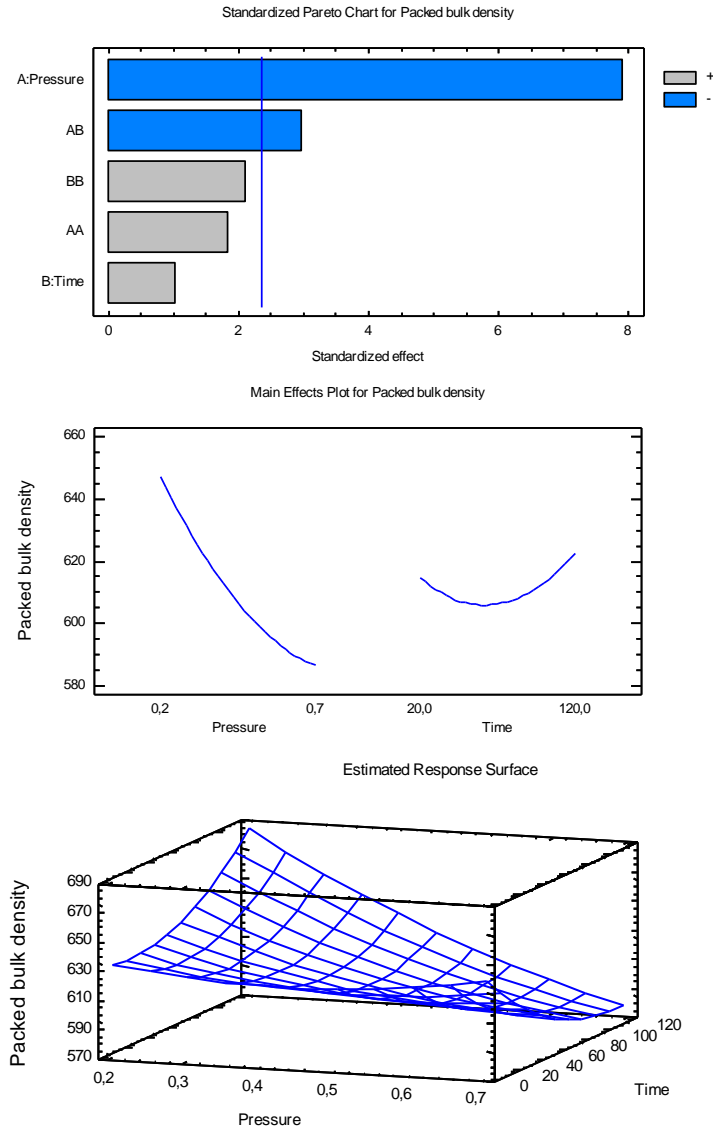


Figure III.39 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the packed bulk density (kg.m^{-3}) of the soybean powder (ρ_p untreated = 684.78 kg.m^{-3})

Figures III.39 illustrate the impact of operating conditions of the DIC on the packed bulk density. The impact of treatment time (t) is very low. However, the pressure (P) clearly affects the packed bulk density. An increase in pressure resulted in a decrease in the packed bulk density (from 651.43 kg.m^{-3} at $P = 2$ bar to 585 kg.m^{-3} at $P = 7$ bar). The regression model is given with $R^2 = 92\%$.

$$\rho_p = 656.288 - 145.964*P + 0.207653*t + 169.228*P^2 - 1.81158*P*t + 0.00490078*t^2 \quad (3.27)$$

III-3.2.C. Intrinsic density (ρ_{int})

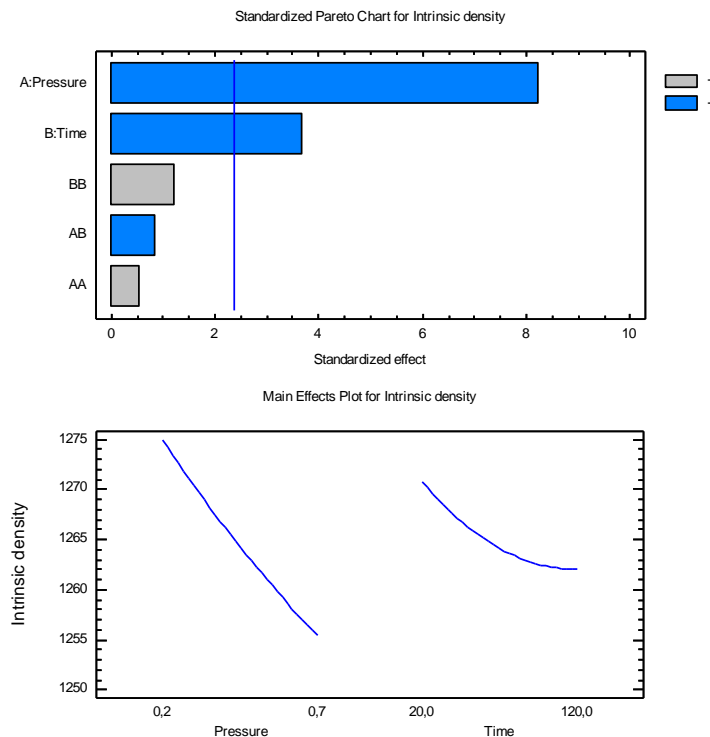
After a restructuring step by DIC, variation of the intrinsic density is negligible. Systematically the gap induced by such treatment is less than the measurement error. A very slight decrease of 0.15% (from $\rho_{\text{int}} = 1267.1 \text{ kg.m}^{-3}$ before treatment to the average measured value after DIC 1265.2 kg.m^{-3}) was observed (Table III-6). We can consider that the average value of the intrinsic density $\rho_{\text{int}} = 1265 \text{ kg.m}^{-3}$ as constant whatever all DIC treatment conditions are.

Table III-6: Intrinsic density of soybean powder

Soybean powder	Intrinsic density (kg.m^{-3})
Untreated ground powder (control)	1267.1
Ground powder treated with DIC : P = 7 bar ; t = 70s	1255.6
Ground powder treated with DIC : P = 2 bar ; t = 70s	1273.8
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	1265.2
Spray dried soybean powder (average)	1201.2
Spray dried powder with MD/GA (average)	1259.1

Compared to the ground soybean powder, the intrinsic density of spray dried powder is lower by about 5% (1201.2 kg.m^{-3} vs 1265 kg.m^{-3}) because of a slight modification in the composition during the preparation of the solution to be atomized. However, it increases by about 4.8% (1201.2 kg.m^{-3} vs 1259.1 kg.m^{-3}) when the MD/GA was added to the feed solution.

About the impact of operating conditions of the DIC, Figure III.40 shows that the treatment time has a negligible influence, and increasing pressure implies a slight decrease in the intrinsic density, approximately 1.4% (from 1273.8 kg.m^{-3} to 1255.6 kg.m^{-3}).



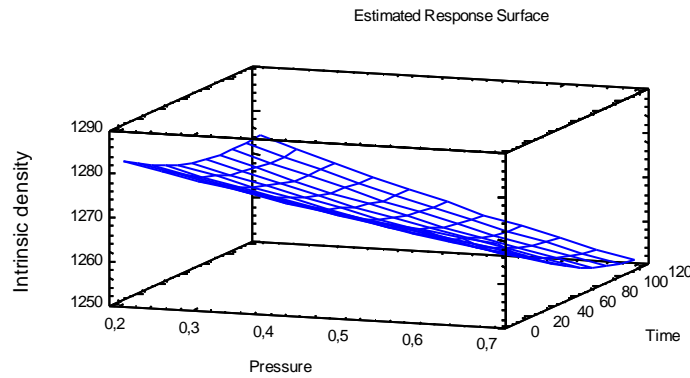


Figure III.40 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the intrinsic density (kg.m^{-3}) of the soybean powder ($\rho_{\text{int}} \text{ untreated} = 1267.1 \text{ kg.m}^{-3}$)

The relationship between the intrinsic density and the DIC operating parameters follows a regression model with $R^2 = 92\%$.

$$\rho_{\text{int}} = 1290.38 - 42.4049*P - 0.13901*t + 16.2401*P^2 - 0.159998*P*t + 0.000885987*t^2 \quad (3.28)$$

In fact, the intrinsic density does not depend on structure modification; it only depends on the chemical composition. A slight change in the intrinsic density in some cases may be due to some chemical modification of soybean. The chemical composition of soybean may vary slightly depending on the processing conditions. For example, thermal treatments can eliminate lipoxigenase and volatile compositions of soybean such as ethanal, methanol and ethanol (Barać et al., 2004; Honig and Rackis, 1975; Wolf, 1976).

III-3.2.D. Filling rate

The filling rate is a ratio of the packed bulk density to the intrinsic density. Because the variation of intrinsic density is negligible after DIC treatment as mentioned above, the filling rate must follow almost the same behavior of the packed bulk density. The filling rate is a very important property of the industrial, commercial and economical plans; a very high filling rate can reduce transport costs. In this study, the filling rate of the soybean powder decreases slightly after DIC treatment (Table III-7 and figure III.41).

Table III-7: Filling rate of soybean powder

Soybean powder	Filling rate
Untreated ground powder (control)	0.540
Ground powder treated with DIC : P = 6.3 bar ; t = 105s	0.466
Ground powder treated with DIC : P = 2 bar ; t = 70s	0.511
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	0.485
Spray dried soybean powder (average)	0.490
Spray dried powder with MD/GA (average)	0.516

The average decrease of 10.3% for the treated powders (from 0.540 before treatment to the average measured value after DIC 0.485) was observed, while a minimum reduction is 5.4% (from 0.540 before treatment to 0.511 after DIC at P = 2 bar, t = 70s).

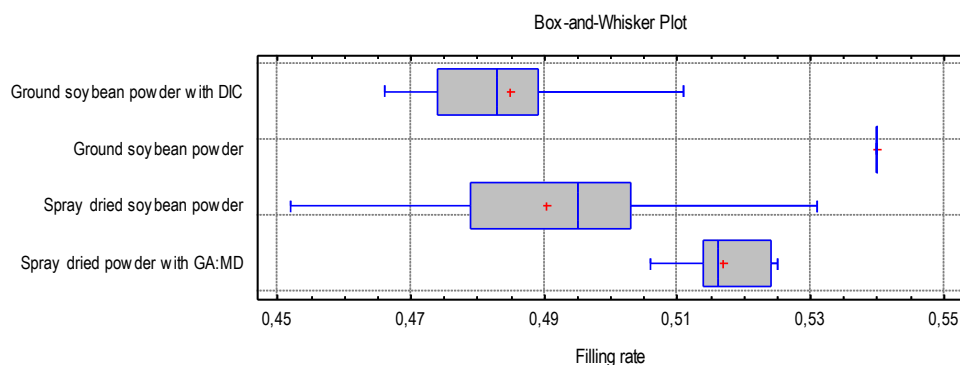


Figure III.41 : Comparison of the filling rate of soybean powders

According to figure III.41, the filling rate of spray dried soybean powder is lower than that of the untreated ground powder, but slightly higher than that of the ground powder treated with DIC. However, these differences are negligible. The filling rate of spray dried powder slightly increases after using the MD/GA in the feed, about 5.3% (0.490 vs 0.516).

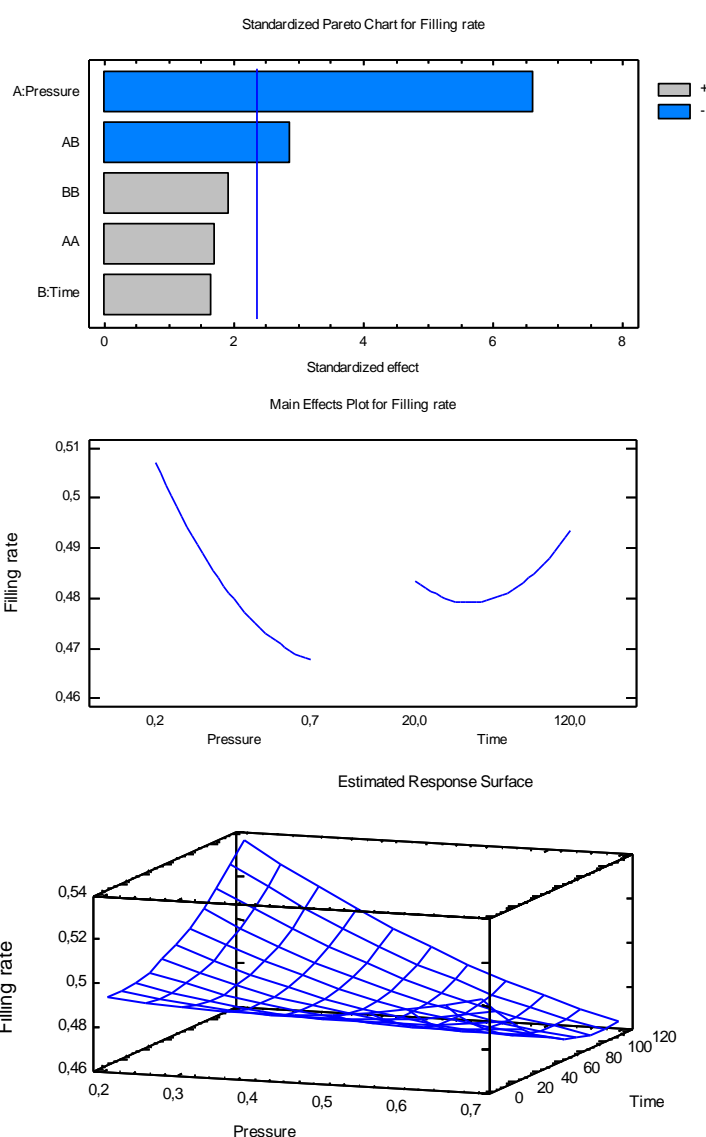


Figure III.42 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the filling rate of the soybean powder (untreated powder = 0.54)

Figure III.42 illustrates the impact of pressure and treatment time on the filling rate of the soybean powder. In this figure, the filling rate decreases when the pressure increases whereas the treatment time insignificantly influences the filling rate. The regression model was obtained with $R^2 = 90\%$.

$$\text{Filling rate} = 0.507424 - 0.0942756*P + 0.000223434*t + 0.123197*P^2 - 0.00135998*P*t + 0.00000347999*t^2 \quad (3.29)$$

III-3.2.E. Compressibility

The powders can be compacted by typing or by mechanical compression. Compressibility reflects the ability of the powder bed to reduce its volume under the effect of mechanical stress and it is expressed as a percentage. In general, the compressibility of the soybean powder increases after a DIC treatment stage (Table III-8). For example, the compressibility of soybean powder before DIC treatment (control) is 28.4% and it is 32.5% after treatment at $P = 4.5$ bar, $t = 70$ s. It means that it increases by 14.5%. The average increase for all tests is 5.12% (from 28.4% before treatment to the average measured value after DIC 29.85%).

Table III-8: Compressibility of soybean powder

Soybean powder	Compressibility (%)
Untreated ground powder (control)	28.40
Ground powder treated with DIC : $P = 4.5$ bar ; $t = 70$ s	32.50
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	29.85
Spray dried soybean powder (average)	30.22
Spray dried powder with MD/GA (average)	34.13

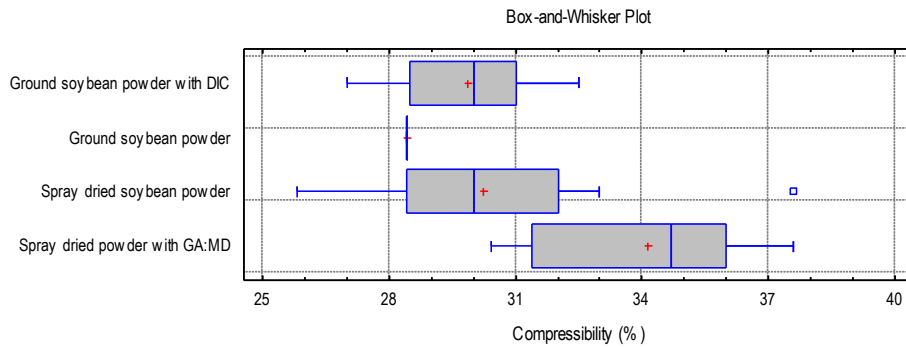


Figure III.43 : Comparison of the compressibility of soybean powders

All measured values of the compressibility of soybean powder produced by different methods are given in Figure III.43. It is clear that the compressibility of the spray dried powder and the ground powder treated with DIC are almost the same (30.22% vs 29.85%); and they are higher than untreated ground powder by about 5%. An increase of 12.9% in the compressibility of spray dried soybean powder was observed after adding the MD/GA to the feed.

In the two operating parameters studied, the pressure is the factor slightly affecting the compressibility of powder; the treatment time has a more visible impact (Figure III.44). Compressibility increases when increasing the treatment time up to around 67s, whereas lengthening the treatment time from 67s will cause a decrease in compressibility. This phenomenon can be explained by the more appearance of fine particles when the processing time is long. The relationship between pressure, treatment time and compressibility of the soybean powder follows a regression model with $R^2 = 70\%$.

$$\text{Compressibility} = 23.4191 + 8.18208*P + 0.193185*t - 12.9601*P^2 + 0.0200002*P*t - 0.001504*t^2 \quad (3.30)$$

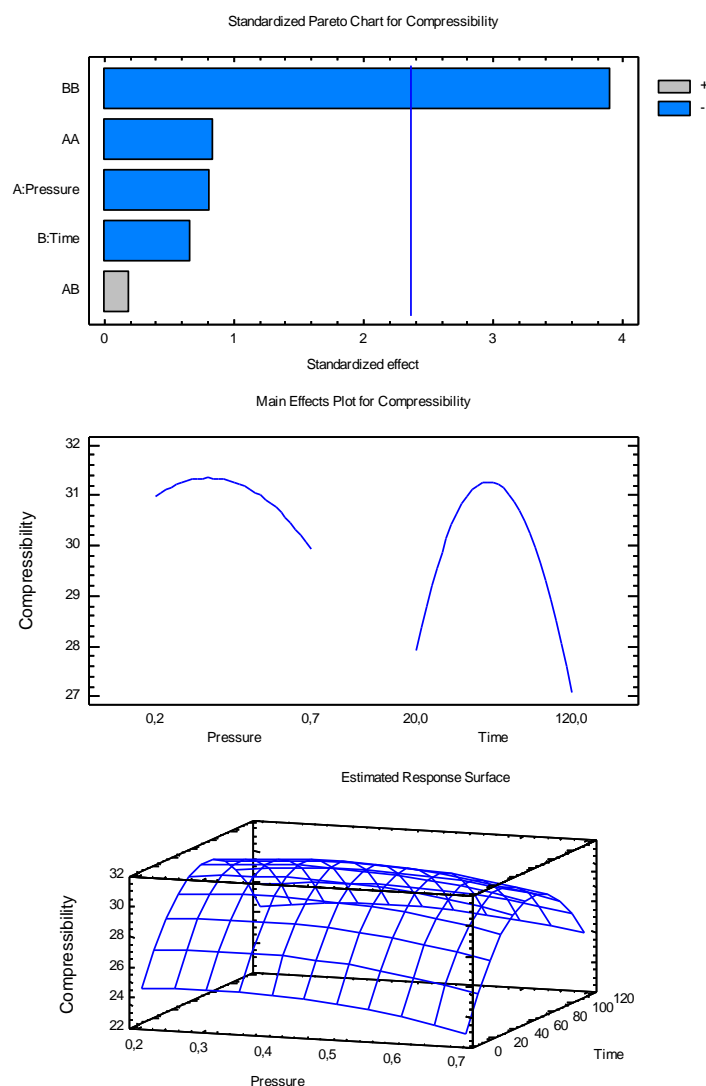


Figure III.44 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the compressibility (%) of the soybean powder (untreated powder = 28.4 %)

III-3.2.F. Hausner ratio

One of the standard methods for evaluating the flowability of a particulate system is to calculate the Hausner ratio after typing. The Hausner ratio is defined as the ratio of packed bulk density ρ_p to its aerated bulk density ρ_a . Hayes (1987) reported that powders with the Hausner ratio between 1.0 and 1.25 are easily fluidized, while the difficult flow belongs to powders with the Hausner ratio from 1.25 to 1.4; and the powders have very difficult flow when the Hausner ratio is greater than 1.4.

Table III-9: Hausner ratio of soybean powder

Soybean powder	Hausner ratio
Untreated ground powder (control)	1.397
Ground powder treated with DIC : P = 6.3 bar ; t = 105s	1.370
Ground powder treated with DIC : P = 4.5 bar ; t = 70s	1.481
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	1.426
Spray dried soybean powder (average)	1.436
Spray dried powder with MD/GA (average)	1.521

In this research, the Hausner ratio of soybean powders which were produced by four different processes is between 1.370 and 1.521 (Table III-9). Therefore, soybean powder after DIC treatment even before treatment exhibits a difficult and very difficult flowability according to the classification of Hayes (1987). This phenomenon may be due to the high content of fat in soybeans (about 20%). This high content of fat caused a very poor flowability of the powder (Perez-Munoz and Flores, 1997b; Fitzpatrick et al., 2004).

In general, the Hausner ratio slightly increases after a DIC treatment step, about 2% (from 1.397 before treatment to the average measured value after DIC 1.426). A maximum increase observed is 6% for the test at $P = 4.5$ bar and $t = 70$ s (1.397 versus 1.481). However, in some cases the Hausner ratio decreased negligibly after DIC treatment. For example, at $P = 6.3$ bar, $t = 105$ s, the Hausner ratio of soybean powder is 1.370.

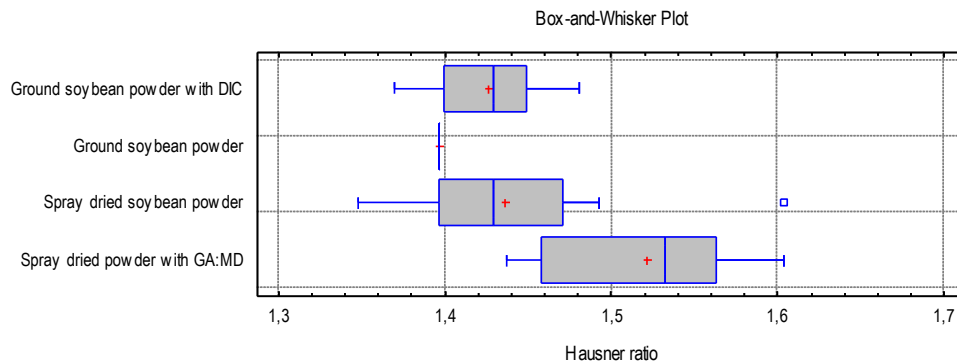
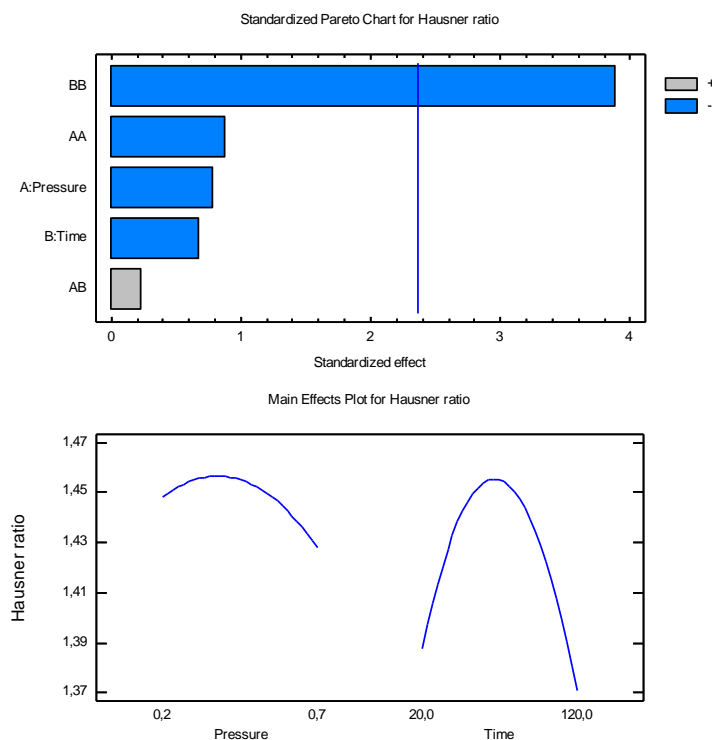


Figure III.45 : Comparison of the Hausner ratio of soybean powders

The Hausner ratio of spray dried powder is not different from the treated ground powder (1.436 vs 1.426). However, it increased by 5.9% (1.436 vs 1.521) when the additive MD/GA was used (Figure III.45).

In terms of the impact of operating conditions (Figure III.46), the pressure negligibly influences the Hausner ratio. At first, the more treatment time increases, the more Hausner ratio increases. The Hausner ratio of soybean powder decreases when the treatment time exceeds 67s. This ratio reached the maximum at $P = 3.7$ bar and $t = 67$ s.



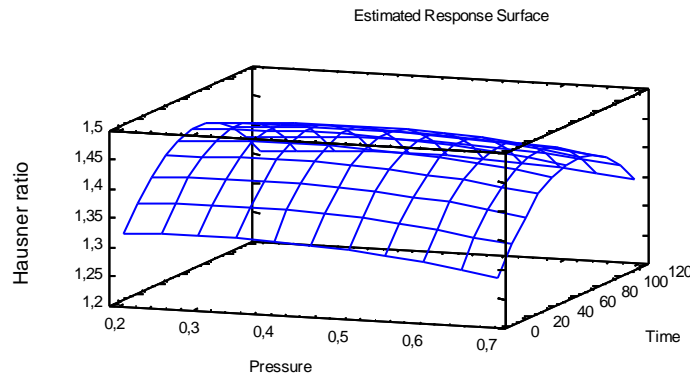


Figure III.46 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the Hausner ratio of the soybean powder (untreated powder = 1.397)

The regression model is given with $R^2 = 70\%$.

$$\text{Hausner ratio} = 1.29659 + 0.172776 * P + 0.0038465 * t - 0.274002 * P^2 + 0.000480004 * P * t - 0.00003025 * t^2 \quad (3.31)$$

III-3.2.G. Porosity

The porosity is defined as the volume of the voids within the powder bed divided by the total volume of the bed. The porosity is directly related to the bulk density. Table III-10 shows that after a DIC treatment step, the porosity of the soybean powder increases for all the trials and it is between 0.637 and 0.676, while the porosity of the untreated powder is 0.613. So it increases by 7.7% (average of 13 points). A maximum increase of 10.3% belongs to the test at $P = 4.5$ bar and $t = 70$ s.

Table III-10: Porosity of soybean powder

Soybean powder	Porosity
Untreated ground powder (control)	0.613
Ground powder treated with DIC : $P = 2.7$ bar ; $t = 105$ s	0.637
Ground powder treated with DIC : $P = 4.5$ bar ; $t = 70$ s	0.676
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	0.660
Spray dried soybean powder (average)	0.658
Spray dried powder with MD/GA (average)	0.660

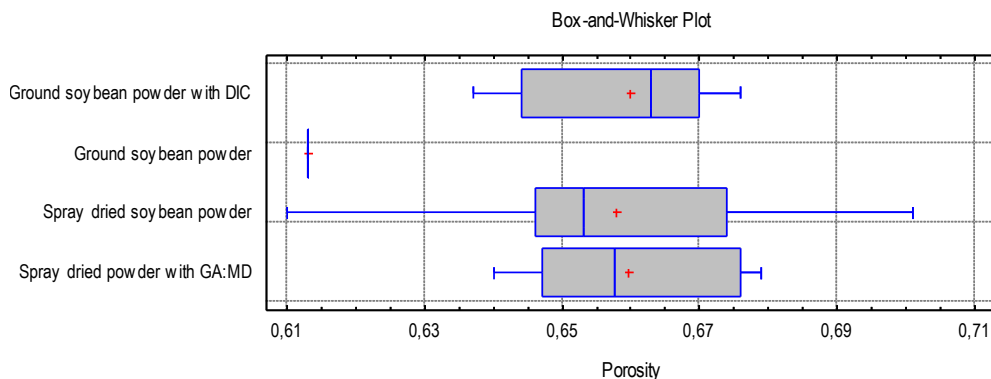


Figure III.47 : Comparison of the porosity of soybean powders

Figure III.47 and Table III-10 clearly show that there is no significant difference between the porosity of spray dried powder and ground powder treated with DIC, including that of spray dried powder with the additive MD/GA. The use of the additive MD/GA in spray drying soybean powder did not influence significantly the porosity of powder (0.658 vs 0.660).

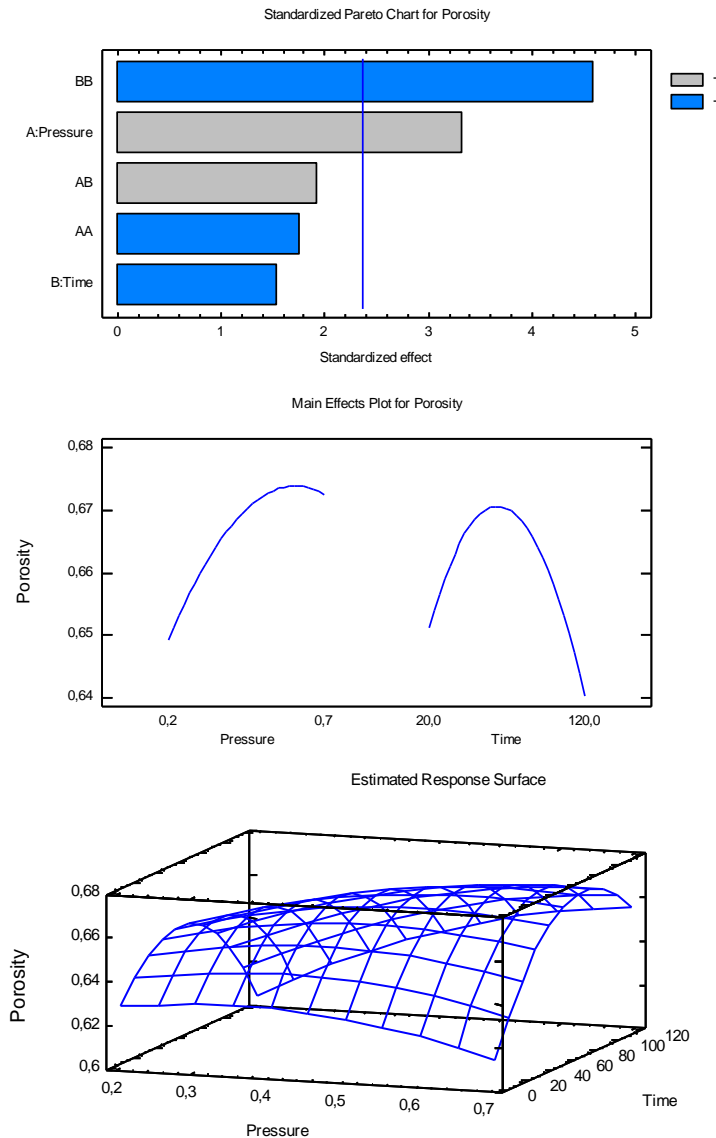


Figure III.48 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the porosity of the soybean powder (untreated powder = 0.613)

About the impact of DIC treatment, an increase in pressure and DIC treatment time involves an increase in the porosity at first. Then the porosity decreases when the treatment time exceeds 74s where the maximum of the curve is reached (Figure III.48). The regression model was obtained with $R^2 = 85\%$.

$$\text{Porosity} = 0.612962 + 0.105114 * P + 0.000768672 * t - 0.149198 * P^2 + 0.00107999 * P * t - 0.00000972999 * t^2 \quad (3.32)$$

The increase in porosity is a result of a great swelling and alveolus texture of particle. This can explain the reduction in the bulk density and also the micro structural modifications. Thus compressibility increases when the external and internal porosity increases.

III-3.2.H. Interstitial air volume

Table III-11 shows the interstitial air volume of the soybean powders before and after DIC treatment. This table indicates that the interstitial air volume of soybean powder considerably

increases after a restructuring step by DIC. For example, the interstitial air volume of the powder treated at $P = 6.3$ bar $t = 105$ s is 91.31 cm^3 , while that of the untreated powder is 67.11 cm^3 . It means that the interstitial air volume increased by 36.05%. The average increase of 25.4% was found in this study (84.15 cm^3 versus 67.11 cm^3) and a minimum increase of 11.76% belongs to the test at $P = 2$ bar and $t = 70$ s.

Table III-11: Interstitial air volume of soybean powder

Soybean powder	Interstitial air volume (cm^3)
Untreated ground powder (control)	67.11
Ground powder treated with DIC : $P = 2$ bar ; $t = 70$ s	75.00
Ground powder treated with DIC : $P = 6.3$ bar ; $t = 105$ s	91.31
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	84.15
Spray dried soybean powder (average)	86.87
Spray dried powder with MD/GA (average)	74.54

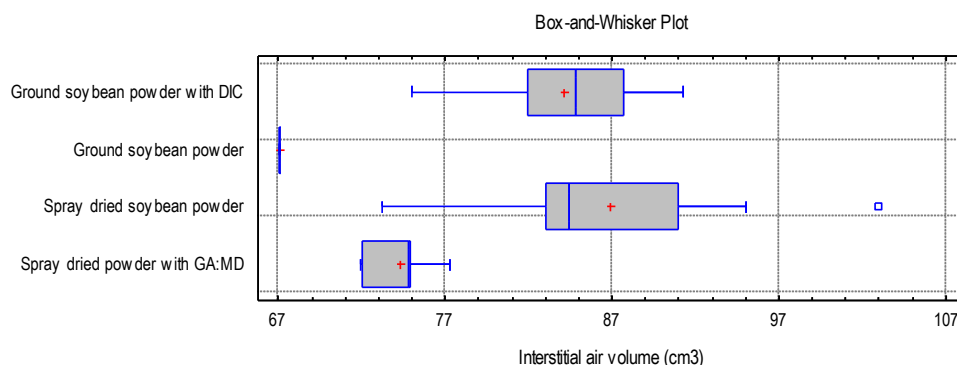
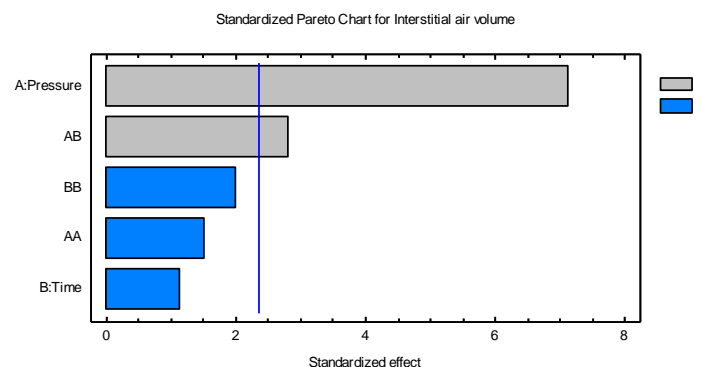


Figure III.49 : Comparison of the interstitial air volume of soybean powders

The interstitial air volume of the untreated ground powder is the lowest compared to other soybean powders (Figure III.49). The spray dried powder is higher by about 29.4% (86.87 cm^3 vs 67.11 cm^3), while it is only 3% higher than the ground powder treated with DIC (86.87 cm^3 vs 84.15 cm^3). After using the additive MD/GA in the spray drying, a decrease of 16.5% in the interstitial air volume of spray dried powder was found (86.87 cm^3 vs 74.54 cm^3).

In terms of the DIC treatment, figure III.50 shows that the pressure is the factor that significantly influences the interstitial air volume. The treatment time has a negligible impact. When the pressure increases, the interstitial air volume increases. The increase in interstitial air volume relates to the expanding or swelling which created large particles with big spaces and cavities among them.



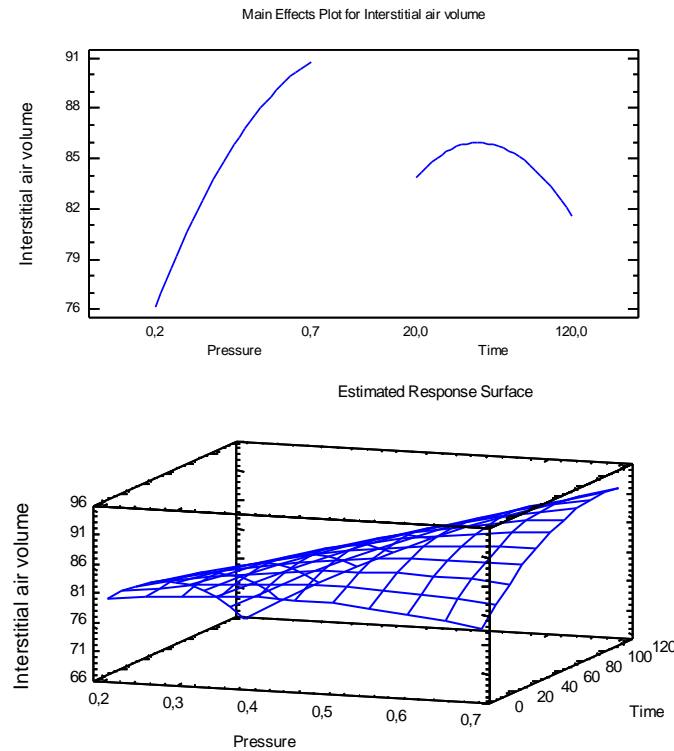


Figure III.50 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the interstitial air volume (cm^3) of the soybean powder (untreated powder = 67.11 cm^3)

The regression model in this case was obtained with $R^2 = 90.4\%$.

$$\begin{aligned} \text{Interstitial air volume} = & 75.0742 + 31.1311 \cdot P - 0.0565989 \cdot t - 37.8961 \cdot P^2 \\ & + 0.458394 \cdot P \cdot t - 0.00123603 \cdot t^2 \end{aligned} \quad (3.33)$$

III-3.2.I. Wettability index (IM)

Many powdered products produced by spray drying or grinding are difficult to rehydrate. Food powders obtained from drying processes are normally reconstituted for consumption. In the case of powdered dried biological materials, wettability is one of the properties that may influence the overall reconstitution characteristics. The term “wettability” describes the capacity of the particles to absorb water on their surface, thus initiating reconstitution. Wettability is defined as liquid penetration into a porous system due to capillary action or the ability of powder to be penetrated by the liquid (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

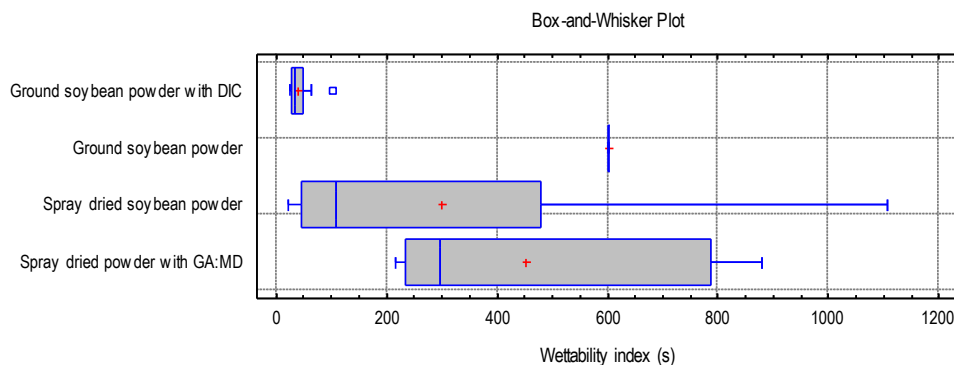


Figure III.51 : Comparison of the wettability index of soybean powders

The wettability index of soy powders is presented in Table III-12 and Figure III.51. This data proves that DIC treatment significantly improved the wettability of soybean powder. The wettability index of the untreated powder is 602 s, it is much higher than that of the powder treated at $P = 4.5$ bar and $t = 70$ s (only 24s). A maximum reduction of 96% was observed. The average

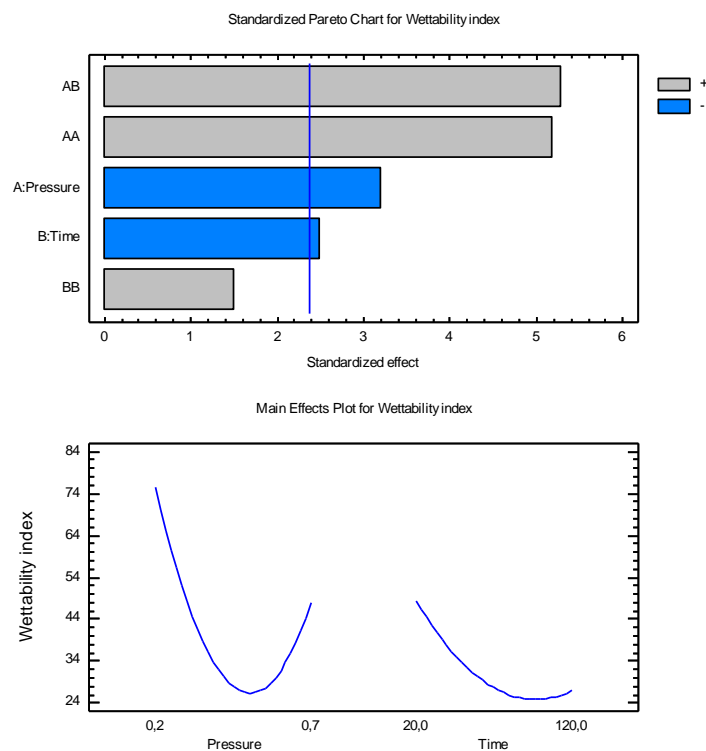
reduction for all tests was 93.15% (from 602 s before treatment to the average measured value 41 s).

Table III-12: Wettability index of soybean powder

Soybean powder	Wettability index (s)
Untreated ground powder (control)	602
Ground powder treated with DIC : P = 4,5 bar ; t = 70s	24
Ground powder treated with DIC : P = 2,7 bar ; t = 35s	102
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	41
Spray dried soybean powder (average)	299
Spray dried powder with MD/GA (average)	452

High wettability values means that it will require more time for the samples to sink in water and will float for more time on the surface of the cold water. The wettability index of the spray dried powder is much higher than that of the ground powder treated with DIC (299s vs 41s) but lower compared to the untreated ground powder (299s vs 602s). The presence of MD/GA in the liquid to be atomized has resulted in an increase in wettability index of spray dried powder, about 51% (299s vs 452s).

Small particle size and symmetrical shape of the spray dried powder using the MD/GA enhance close packing of particles and thus inhibit penetration of the water. In general, larger particles more irregular in shape provide more spaces in the interstices for wetting. More uniformity of large particles results in less fines to fill in adjacent spaces which restrains wetting.



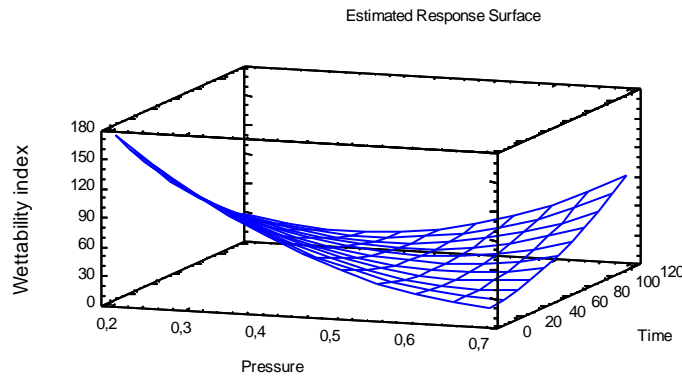


Figure III.52 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the wettability index (s) of the soybean powder (untreated powder = 602 s)

About the impact of operating parameters of the DIC, the more pressure and treatment time increases, the more wettability index decreases (Figure III.52). Pressure has a stronger influence than treatment time. The decrease in wettability index can be explained by the formation of pores more and more numerous within the particles and the water penetration becomes easier. The relationship between the operating parameters and the wettability index follows a regression model with $R^2 = 91\%$.

$$\text{Wettability index} = 311.181 - 797.179 \cdot P - 2.40226 \cdot t + 541.198 \cdot P^2 + 3.63995 \cdot P \cdot t + 0.00392988 \cdot t^2 \quad (3.34)$$

III-3.2.J. Water holding capacity (WHC)

Table III-13: Water holding capacity of soybean powder

Soybean powder	WHC (g water /g powder)
Untreated ground powder (control)	1.429
Ground powder treated with DIC : P = 2,7 bar ; t = 105s	1.546
Ground powder treated with DIC : P = 6,3 bar ; t = 105s	2.150
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	1.712
Spray dried soybean powder (average)	0.857
Spray dried powder with MD/GA (average)	0.974

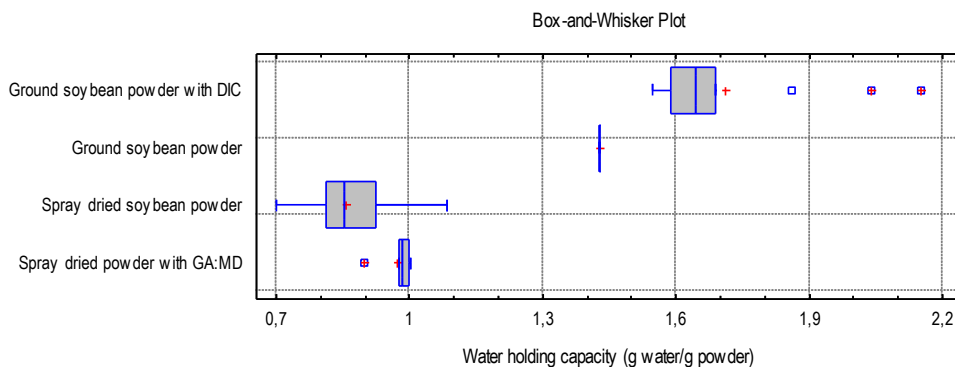


Figure III.53 : Comparison of the water holding capacity of soybean powders

Water-holding capacity (WHC) is an important protein–water interaction that occurs in various food systems. WHC is the ability of a protein matrix to absorb and retain bound, hydrodynamic,

capillary, and physically entrapped water against gravity (Damodaran and Paraf, 1997). Water holding capacity of soy protein is very important as it affects the texture, juiciness, and taste of food products and in particular the shelf-life of bakery products (Jideani, 2011).

In this study, the stage of DIC treatment significantly improved the water holding capacity of soy powders (Table III-13). WHC of soy powder increases in all tests. A maximum increase of 50.4% belongs to the test at $P = 6.3$ bar and $t = 105$ s (from 1.429 before the DIC to 2.15 after the DIC). The average increase of 20% for all tests was observed (from 1.429 before the DIC to the average measured value 1.712).

Figure III.53 shows that the ground powder with DIC treatment had higher water holding capacity than the rest of the samples. It is two times higher than the spray dried powder (1.712 g/g vs 0.857 g/g). The water holding capacity of spray dried powder increased slightly after adding MD/GA to the feed solution, about 12.8% (from 0.857 g/g to 0.974 g/g).

Swelling and porous structure of the particle after DIC treatment allowed the particles hold more water within the cell wall matrix. The lower water holding capacity of the spray dried powder may be due to the elimination of a part of the fiber after filtration during the preparation of solution.

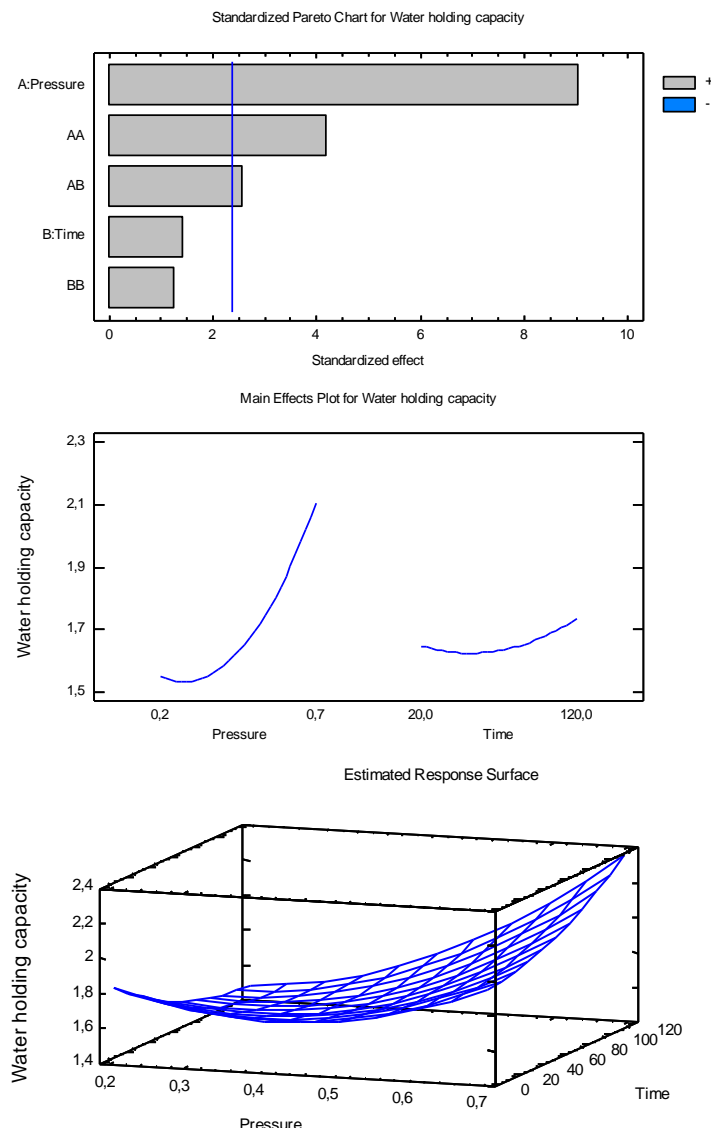


Figure III.54 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the WHC (g water/ g powder) of the soybean powder (untreated powder = 1.429 g/g)

With two operating parameters studied, treatment time slightly affects the WHC of soy powder (Figure III.54). However, the pressure plays an important role in improving the WHC of soybean

powders. The higher the pressure (or temperature), the higher the WHC. Besides the modification of particle structure, this increase may also be due to the thermal effect on the soy protein. It is well suited to some previous studies. The amount of water associated with proteins is closely related to its amino acid profile (Kuntz and Kauzmann, 1974) and thermal treatment significantly improves the water holding capacity of oilseed powders (Moure et al., 2006).

The regression model in this case was obtained with $R^2 = 94\%$.

$$WHC = 2.21318 - 2.56172*P - 0.00802533*t + 3.10095*P^2 + 0.0124642*P*t + 0.0000234332*t^2 \quad (3.35)$$

III-3.2.K. Oil holding capacity (OHC)

The oil holding capacity is an important parameter used to evaluate the hydrophobic nature of particles, which is related to the emulsifying properties. Table III-14 and Figure III.55 show the oil holding capacity of the soybean powders which were produced by four different processes.

Table III-14: Oil holding capacity of soybean powder

Soybean powder	OHC (g oil /g powder)
Untreated ground powder (control)	0.698
Ground powder treated with DIC : P = 4,5 bar ; t = 70s	0.815
Ground powder treated with DIC : P = 2,7 bar ; t = 35s	1.122
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	0.943
Spray dried soybean powder (average)	1.522
Spray dried powder with MD/GA (average)	1.438

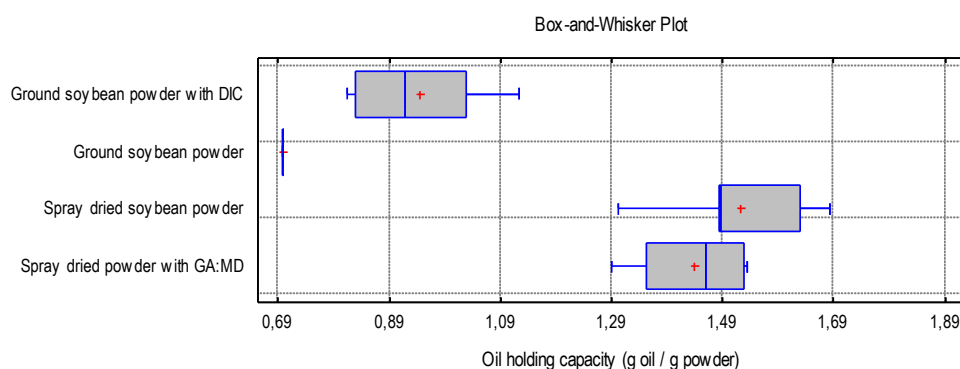


Figure III.55 : Comparison of the oil holding capacity of soybean powders

An improvement in the OHC of soybean powder after treatment with DIC was observed. The oil holding capacity of soybean powder increased an average of 35 % in comparison with the untreated ground powder (0.943 g/g vs 0.698 g/g). A maximum increase of 60.7 % belongs to the test at P = 2.7 bar and t = 35 s (from 0.698 g/g before the DIC to 1.122 g/g after the DIC). A minimum increase of 16.7 % was found at P = 4.5 bar and t = 70 s.

The spray dried soybean powder had a higher OHC (1.522 g/g) than the ground powder, including both the untreated ground powder (0.698 g/g) and the ground powder treated with DIC (0.943 g/g). The oil holding capacity of the spray dried powder has decreased slightly by about 5.5 % (from 1.522 g/g to 1.438 g/g) after using the MD/GA as the drying aid.

The fat absorption is commonly attributed to the physical entrapment of fat by the protein (Zayas,

1997). The oil uptake may depend on the surface area and porosity of the particles. The specific surface area and the porosity of the particles were increased after a thermal-mechanical treatment by DIC, which might be attributed to the increased oil absorption. The compactness of the particles of untreated ground powder might result in low porosity, which could be a reason for those particles having a restricted degree of oil penetration.

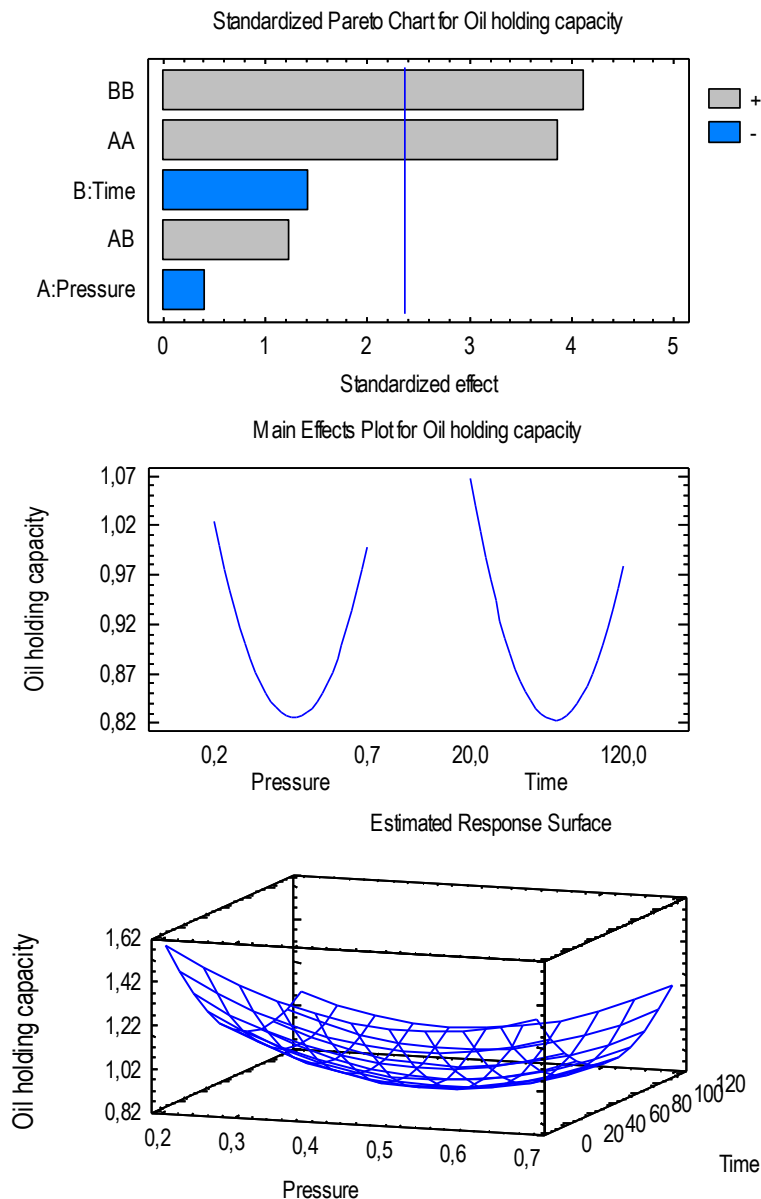


Figure III.56 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the OHC (g oil/ g powder) of the soybean powder (untreated powder = 0.698 g/g)

Figure III.56 shows the impact of two operating parameters of DIC on the oil holding capacity of the soybean powder. According to this figure, the OHC initially decreased when the pressure (ou temperature) and the treatment time increased. This trend agrees with results by Hutton and Campbell (1977) which showed that soy protein decreases in fat absorption capacity with increased heat. However, the OHC of soybean powder began to slightly increase from $P = 4.5$ bar and $t = 75$ s (at the minimum of the curve). This can be explained by the loss of volatile fatty acid (lipoxygenase) of soybean when the pressure and processing time are sufficiently high (Honig and Rackis, 1975). The hydrophobic binding sites that are blocked by this fatty acid are released, and usually available for binding hydrophobic substances.

The relationship between pressure, treatment time and OHC of the soybean powder follows a regression model with $R^2 = 82\%$.

$$OHC = 2,0957 - 3,15667*P - 0,0147663*t + 2,96434*P^2 + 0,0062479*P*t + 0,0000789873*t^2 \quad (3.36)$$

III-3.2.L. Particle size distribution and surface-volume mean diameter

The particle size distribution and the surface-volume mean diameter of soybean powder before and after the DIC treatment, together with spray dried powder are expressed in the figure III.57 and the table III-15.

Looking at Figure III.57, the untreated powder has a broad size distribution with larger particles. The diameters of 400µm and 800µm come up to 15%, whereas a narrower size distribution was obtained for soybean powders treated by DIC. The particle size is more uniform and found mainly around the diameter of 140µm (approximately 45% for powder treated at P = 6.3 bar and t = 150s). Figure III.57 also proves that thanks to the DIC treatment, fine particles (diameter less than 100µm) and large particles (diameter greater than 400µm) decreased. This can be explained by the formation of a large amount of pores inside of soybeans after the DIC which facilitated the subsequent grinding. The compact texture of the untextured soybeans which makes the grinding very difficult is a cause of the presence of large particles.

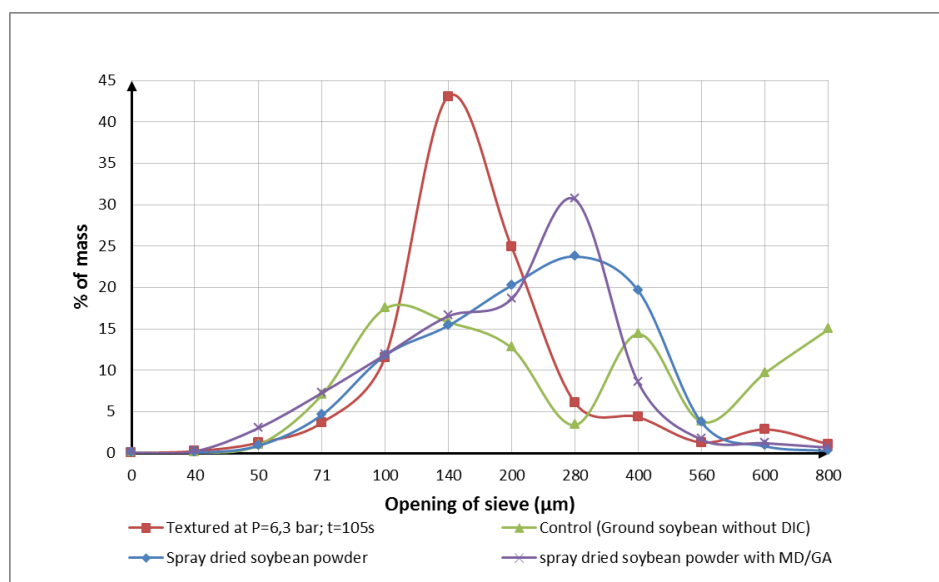


Figure III.57 : Particle size distribution of soybean powder

The surface-volume mean diameter (d_{sv}) of the soybean powder slightly decreases after DIC treatment, about 4.5% (from 213.4 µm before the DIC to the average measured value after treatment 203.9 µm) (Table III-15). A maximum reduction observed is 17.7% for the test at P = 7 bar and t = 70s (175.6 µm versus 213.4 µm).

Table III-15: Surface-volume mean diameter of soybean powder

Soybean powder	Surface-volume mean diameter (µm)
Untreated ground powder (control)	213.4
Ground powder treated with DIC : P = 7 bar ; t = 70s	175.6
Ground powder treated with DIC (average of 13 points)	203.9
Spray dried soybean powder (average)	228.9
Spray dried powder with MD/GA (average)	203.6

The spray dried powder showed a broader size distribution than the ground powder treated with

DIC. Agglomeration of the particles took place in the drying chamber due to the high fat content of soybeans. Particle size of 400 μm of spray dried powder come up to 20 %. By using the additive MD/GA in order to reduce the tendency to agglomeration of the particles in spray drying, the particle size distribution of spray dried powder has become narrower. Particle size of 400 μm was only 8.5 %. The surface-volume mean diameter (d_{sv}) of the spray dried powder also decreased by about 11 % (from 228.9 μm to 203.6 μm).

About two operating parameters of the DIC: the more the pressure and the treatment time increase, the more the surface-volume mean diameter decreases. However, the treatment time affects less strongly than the pressure (Figure III.58). The relationship between the two operating parameters and the mean diameter follows a regression model with $R^2 = 89\%$.

$$\text{Surface-volume mean diameter} = 194.872 + 86.5414*P + 0.584345*t - 132.918*P^2 - 0.86819*P*t - 0.00247175*t^2 \quad (3.37)$$

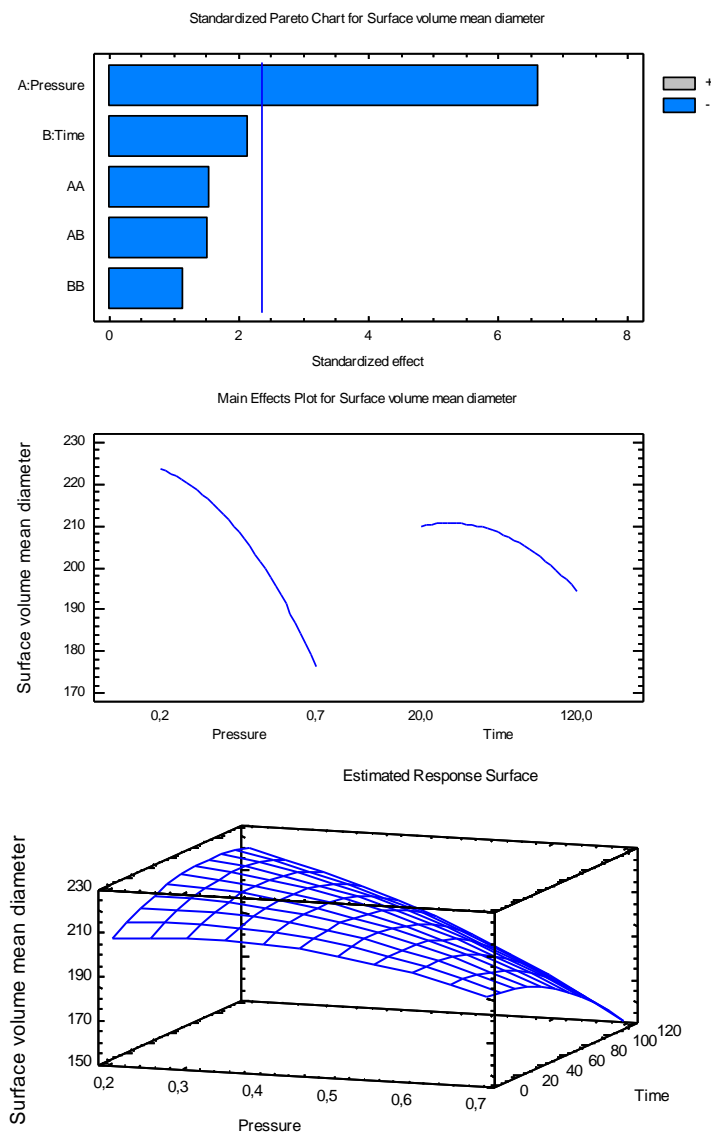


Figure III.58 : Impact of pressure (MPa) and DIC treatment time (s) on the surface-volume mean diameter (μm) of the soybean powder (untreated powder = 213.4 μm)

III-3.2.M. Drying kinetics

The figure III.59 shows the drying kinetics of soybean at 60 °C before and after the DIC treatment.

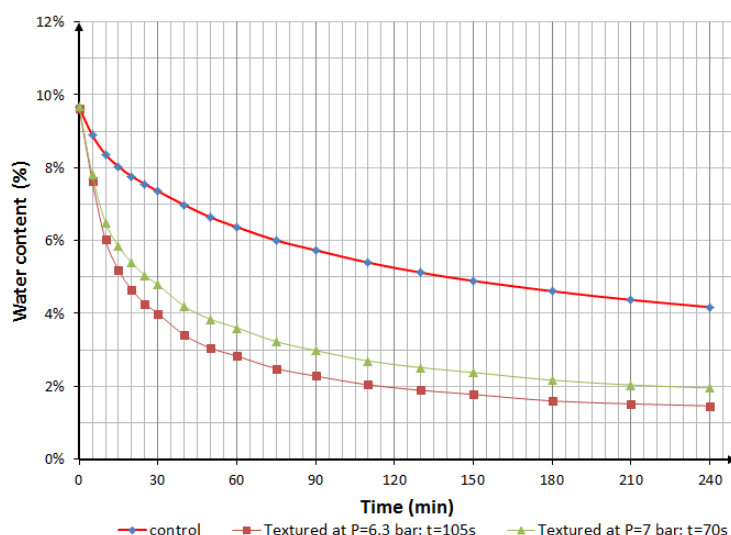


Figure III.59 : Drying kinetics of soybean before and after the DIC (at 60 °C)

It is clear that the restructuring stage by DIC has a significant influence on the drying kinetics of soybeans. The swelling and the formation of pores inside the soybeans together with its alveolar structure reinforced heat and mass transfer between the soybeans and the drying air. The transport of water from the interior of soybeans to the outside takes place more rapidly than that of the untreated soybeans which has a more compact texture. For example, the water content of the untreated soybeans (control) reaches 4.17% after 240 minutes of drying, whereas the soybeans textured at $P = 6.3$ bar, $t = 105$ s can achieve this water content after only 25 minutes and the soybeans treated at $P = 7$ bar, $t = 70$ s only takes 40 minutes. Therefore, the drying time of soybeans decreased significantly after the DIC treatment and this implies a significant reduction in energy consumption.

III-3.3. CONCLUSION

All results obtained show that the production process of soybean powder associated with a restructuring step by DIC enable us to control and improve the properties of the powder. The DIC treatment can cause a controlled increase in the compressibility, porosity, interstitial air volume, oil and water holding capacity and Hausner ratio; together with a decrease in the aerated bulk density, packed bulk density, wettability index, surface-volume mean diameter, filling rate of the soybean powder. The formation of a large quantity of pores inside the soybeans after the DIC facilitated the subsequent grinding operation and intensified the drying kinetics. This resulted in a significant reduction of the drying time and energy consumption.

In comparison with the conventional spray dried soybean powder, the ground powder after DIC treatment has been significantly improved on the wettability index and the water holding capacity. The remaining studied properties had a negligible difference. The maximum difference belonged to the densities of powder (about 4 – 5 %). However, the oil holding capacity was lower than that of spray dried powder.

Through the use of the additive MD/GA in the spray drying, most of the studied properties of soybean powder were increased, except that the interstitial air volume and the OHC were decreased; and the porosity was almost constant.

With regard to the two DIC operating parameters studied, the pressure is the strongest factor influencing the properties of soybean powder. Selecting an appropriate pressure plays a decisive role in controlling the properties of powders. Aerated bulk density, packed bulk density, filling rate, wettability index, surface-volume mean diameter of soybean powder decrease with a pressure increase. Whereas, the more the pressure increases, the more the porosity, interstitial air volume and water holding capacity increase. The treatment time affects less strongly the properties of powders.

However, lengthening the treatment time may cause a reduction in compressibility, porosity and Hausner ratio. Oil holding capacity of soybean powder was able to increase or decrease when increasing the pressure and the DIC treatment time.

The pressure and the DIC treatment time will be decided depending on the controlled quality of the final product. For example, in this study, in order that the soybean powder can achieve the maximum compressibility and porosity together with the minimum wettability index, the optimal pressure and DIC treatment time are 4.88 bar and 69s.

CHAPITRE III-4.

OPTIMISATION DES CONDITIONS OPERATOIRES DE L'ATOMISEUR DANS LA FABRICATION DE LA POUDRE DE SOJA

III-4.1. RESUME

Le séchage par atomisation est une méthode très utilisée pour fabriquer des poudres de haute qualité dans plusieurs domaines différents. Toutefois, en raison du coût élevé de production et de fonctionnement, les poudres séchées par atomisation ont généralement des prix plus élevés que les poudres fabriquées par d'autres méthodes. C'est pourquoi, l'application du séchage par atomisation pour les produits alimentaires ordinaires est restreinte. La qualité du produit et l'efficacité d'énergie dans le séchage par atomisation sont toujours des problèmes que les chercheurs souhaitent résoudre primordialement.

Le but de ce chapitre est d'optimiser l'opération d'atomisation en termes de la qualité du produit fini et de l'efficacité d'énergie. Cet objectif a été réalisé à travers l'analyse des impacts de la concentration de la solution (C) et de la température de l'air entrant (T_e) sur les propriétés de la poudre de soja et les autres conditions opératoires. Particulièrement, l'efficacité de transfert de chaleur dans la chambre de séchage a été aussi examinée à travers le coefficient de transfert de chaleur volumétrique (h_v). Les résultats obtenus montrent que la qualité de la poudre de soja et l'efficacité de transfert de chaleur dans la chambre de séchage ont pu être contrôlées en réglant la concentration de la solution d'alimentation et la température de séchage. Les conditions opératoires optimales de l'atomiseur ont également été trouvées dans ce cas en vue d'utiliser dans le séchage par atomisation de la poudre de soja avec les additifs MD/GA dans le chapitre III-5.

III-4.2. RESULTATS ET DISCUSSION

Tous les résultats de calcul et d'expérience sont représentés dans les tableaux VII-8, VII-13 et VII-14 dans la Partie VII - Annexes. Les analyses basées sur les résultats obtenus sont présentées ci-après.

III-4.2.A. Calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique

Les coefficients de transfert de chaleur volumiques dans la chambre de séchage ont été calculés dans MS Excel pour tous les points expérimentaux (13 points). Les résultats de calcul ont été résumés dans les tableaux VII-13 et VII-14 dans la Partie VII – Annexes. Ici, nous allons présenter un exemple de calcul pour l'essai 1. La méthode de calcul a été expliquée dans la rubrique II-3.2 du chapitre II-3. Les données expérimentales qui ont été mesurées pour le point 1 consistent en:

- Concentration de la solution d'alimentation: $C = 20 \%$
- Température de l'air entrant: $T_{a1} = 240 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- Température de l'air sortant: $T_{a2} = 76,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- Température de la solution d'alimentation: $T_{p1} = 18,8 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- Température d'ambiance: $T_o = 18,65 \text{ }^{\circ}\text{C}$
- Humidité relative d'ambiance: $\phi_o = 49,95 \%$
- Masse volumique de la solution d'alimentation: $\rho_{p1} = 1,1718 \text{ g/mL}$
- Débit volumique d'alimentation: $V_{p1} = 18750 \text{ mL/h}$
- Humidité du produit sec (en base humide): $w_{p2} = 2,131 \%$

(Humidité en base sèche est 2,177 %).

III-4.2.A.1. Différence de température moyenne logarithmique

La différence de température moyenne logarithmique de la chambre de séchage est calculée selon la formule (2.18). En raison de la difficulté de déterminer la température des particules à la sortie de la chambre de séchage (T_{p2}), nous avons adopté la température de surface de la particule à l'état de saturation qui est représentée par la température humide de l'air (T_h). Cela signifie que $T_{p2} = T_h$.

Le processus de réchauffage de l'air dans le réchauffeur à partir de la température et l'humidité de l'ambiance ($T_o = 18,65$ °C, $\phi_o = 49,95$ %) jusqu'à la température de l'air entrant dans la chambre de séchage ($T_{a1} = 240$ °C) est représenté par le segment de droite (0 – 1) dans le diagramme (h, x) de l'air humide (Figure II.18). La caractéristique de ce processus est l'humidité absolue constante de l'air, c'est à dire que $x_1 = x_o$.

La pression de saturation de la vapeur d'eau à la température T_o peut être déterminée par le tableau des propriétés de l'eau. On peut également utiliser la **formule de Dupré** pour calculer la pression P_s (mmHg) comme suit :

$$P_s = \exp \left[46,784 - \frac{6435}{T_o + 273,15} - 3,868 \cdot \ln(T_o + 273,15) \right] \quad (3.38)$$

Avec $T_o = 18,65$ °C $\Rightarrow P_s = 16,0577$ mmHg = 0,02141 bar.

L'humidité absolue d'ambiance est calculée selon la formule suivante :

$$x_o = 0,622 \cdot \frac{P_s \cdot \phi_o}{P_o - P_s \cdot \phi_o} \quad (3.39)$$

Avec l'humidité relative $\phi_o = 49,95$ % et la pression atmosphérique $P_o = 1$ atm = 1,01 bar $\Rightarrow x_o = 0,006656$ kg/kg = 6,656 g/kg.

L'humidité absolue de l'air entrant dans la chambre de séchage : $x_1 = x_o = 6,656$ g/kg.

La température humide de l'air (T_h) a été calculée à l'aide du logiciel EES (Engineering Equation Solver) à travers la température de l'air entrant $T_{a1} = 240$ °C et l'humidité absolue $x_1 = 6,656$ g/kg.

$T_h = f(T_{a1}, x_1) = 50,38$ °C

Donc, la différence de température moyenne logarithmique est calculée comme suit:

$$\Delta T_{log} = \frac{(T_{a1} - T_{p1}) - (T_{a2} - T_h)}{\ln \left(\frac{T_{a1} - T_{p1}}{T_{a2} - T_h} \right)} = \frac{(240 - 18,8) - (76,5 - 50,38)}{\ln \left(\frac{240 - 18,8}{76,5 - 50,38} \right)} = 91,31 \text{ K}$$

III-4.2.A.2. Quantité de chaleur reçue par le produit de séchage

Le débit massique d'alimentation est déterminé :

$$G_{p1} = V_{p1} \cdot \rho_{p1} = 18750 \cdot 1,1718 = 21971 \text{ g/h} = 21,971 \text{ kg/h}$$

Le débit de sortie du produit est calculé à partir de la formule (2.16) avec la teneur en eau de la solution d'alimentation $w_{p1} = 80$ % et du produit sec $w_{p2} = 2,131$ % (base humide) :

$$G_{p2} = G_{p1} \cdot \frac{(1 - w_{p1})}{(1 - w_{p2})} = 4,4898 \text{ kg/h}$$

La quantité d'eau évaporée : $W = G_{p1} - G_{p2} = 17,481$ kg/h

La capacité thermique du soja est calculée selon la formule empirique développée par Alam et Shove (1973) :

$$C_{p2} = 1,638 + 0,019283 \cdot w_{p2} = 1,638 + 0,019283 \cdot 2,177 = 1,680 \text{ kJ/kg.K}$$

Avec l'humidité en base sèche du produit $w_{p2} = 2,177 \%$.

La quantité de chaleur reçue par le produit de séchage est calculée selon la formule (2.15) :

$$Q = W \cdot (2500 + 1,842 \cdot T_{a2} - 4,186 \cdot T_{p1}) + G_{p2} \cdot C_{p2} \cdot (T_{p2} - T_{p1})$$

$$Q = 17,481 \cdot (2500 + 1,842 \cdot 76,5 - 4,186 \cdot 18,8) + 4,4898 \cdot 1,68 \cdot (50,38 - 18,8) = 45028 \text{ kJ/h}$$

III-4.2.A.3. Coefficient de transfert de chaleur volumétrique

Le coefficient de transfert de chaleur volumétrique est déterminé selon la formule (2.11) avec le volume de la chambre de séchage $V_{ol} = 1,1 \text{ m}^3$.

$$h_v = \frac{Q}{V_{ol} \cdot \Delta T_{log}} = \frac{45028}{1,1 \cdot 91,31} = 448,3 \text{ kJ/m}^3 \text{ hK}$$

III-4.2.B. Impact de la concentration et de la température de l'air entrant

III-4.2.B.1. Débit d'alimentation

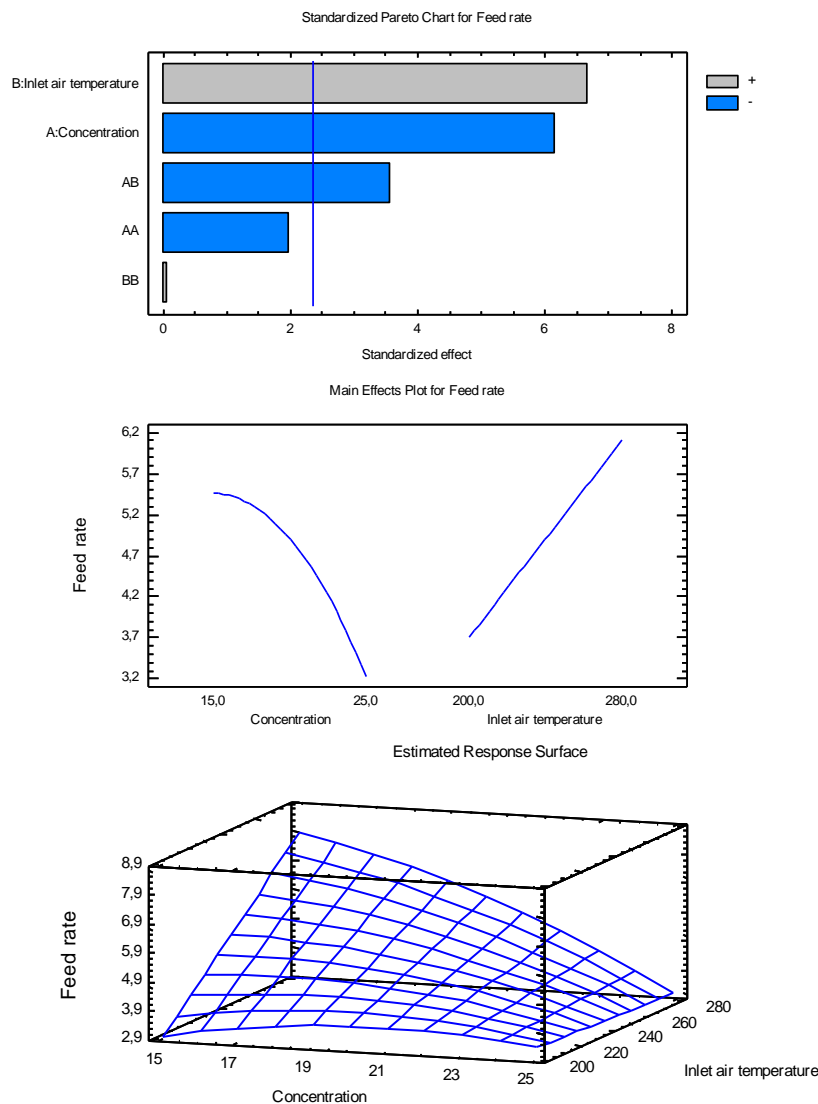


Figure III.60 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le débit d'alimentation (mL/s)

Le débit d'alimentation est en général utilisé pour contrôler la température de l'air sortant de la chambre de séchage, et donc il peut également contrôler la teneur en eau de la poudre. Dans cette étude, l'effet de la concentration de solution d'alimentation (C) et de la température de l'air entrant

(T_e) sur le débit d'alimentation est illustré dans la figure III.60. Selon le diagramme de Pareto, les deux paramètres ont une influence claire sur le débit d'alimentation. Quand la température de l'air entrant (T_e) augmente de 200 °C à 280 °C, le débit d'alimentation augmente. En effet, grâce à une augmentation de la température de séchage, l'évaporation de l'eau aura lieu plus rapidement autour de la tête de buse pneumatique où la densité des particules est élevée. Cela permet de réduire la charge pour la tête de buse, en particulière pour la buse de mélange externe. Donc, le liquide sort de la buse plus facilement et il en résulte que le débit d'alimentation croît.

À l'inverse de la température T_e , le débit d'alimentation diminue quand la concentration de solution augmente de 15 % à 25 %. La baisse du débit d'alimentation est due à la teneur en matière solide plus élevée, ainsi que la viscosité plus élevée dans la solution d'alimentation plus concentrée.

Un modèle de régression reliant le débit d'alimentation aux ces deux paramètres a été obtenu avec $R^2 = 93,4 \%$.

$$\text{Débit d'alimentation} = -36,7795 + 2,18639 * C + 0,153558 * T_e - 0,0217334 * C^2 - 0,00641287 * C * T_e + 0,00000978996 * T_e^2 \quad (3.40)$$

III-4.2.B.2. Température de l'air sortant

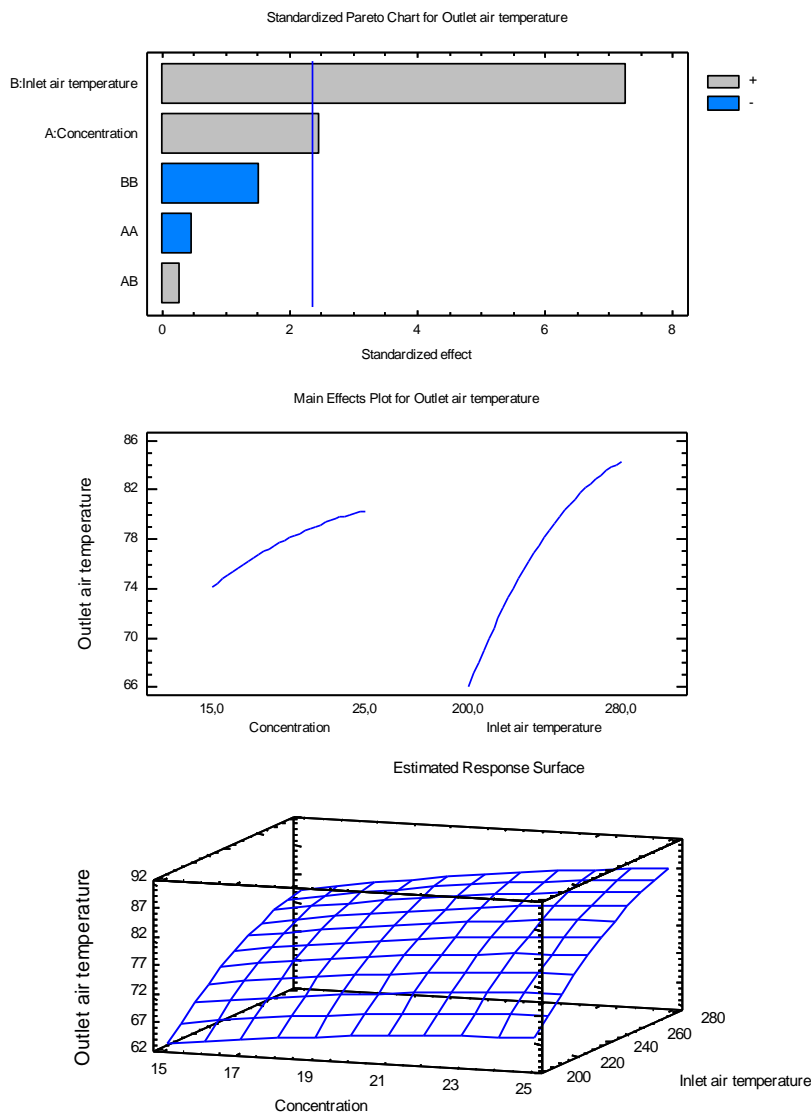


Figure III.61 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la température de l'air sortant (°C)

En général, pour chaque produit donné, la température de l'air sortant (T_s) est maintenue constante tout au long du processus de séchage pour assurer une humidité souhaitée de la poudre sortante. La

température de l'air sortant dépend de plusieurs facteurs tels que le débit d'alimentation, la concentration et la température de la solution d'alimentation, la pression de l'air comprimé, la température de séchage, etc. Dans le cadre de cette étude, la température de l'air entrant (T_e) et la concentration de la solution (C) ont été examinées, et les résultats montrent que: plus la température de l'air entrant et la concentration augmentent, plus la température de l'air sortant augmente (Figure III.61). Toutefois, la température de l'air entrant a une influence plus grande que la concentration. La hausse de la concentration de solution signifie que la teneur en eau des gouttelettes pulvérisées diminuera. Donc, la quantité de chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau diminuera également et cela implique une augmentation de la température de l'air sortant.

Le modèle de régression dans ce cas a été trouvé avec $R^2 = 89,8 \%$.

$$T_s = -90,6462 + 1,20892*C + 1,02739*T_e - 0,0355583*C^2 + 0,00344617*C*T_e - 0,00181104*T_e^2 \quad (3.41)$$

III-4.2.B.3. Teneur en eau de la poudre

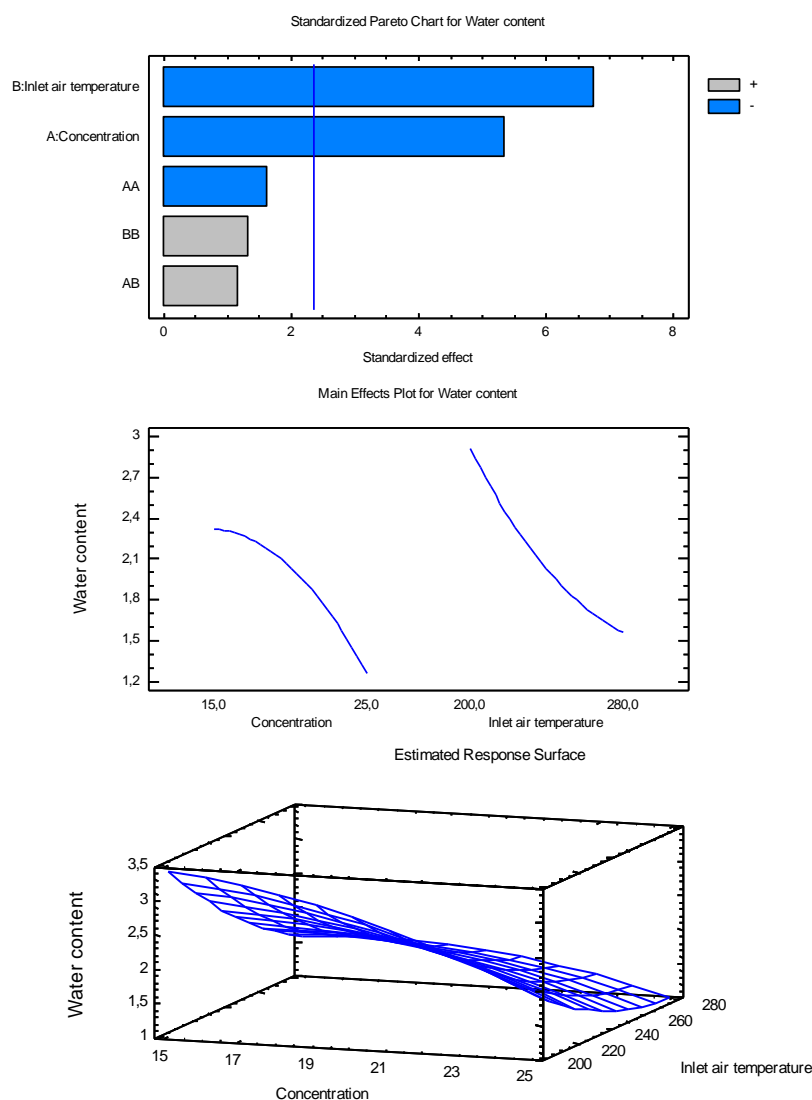


Figure III.62 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la teneur en eau de la poudre (%)

L'humidité de la poudre alimentaire reflète visuellement la qualité du produit dès qu'il sort de la chambre de séchage. La saveur, l'arôme et la couleur d'une poudre trop sèche peuvent être disparues, tandis qu'une poudre humide peut devenir plus gluante et elle ne convient pas pour le stockage de longue durée. La teneur en eau de la poudre de soja séchée par atomisation est nettement influencée par la concentration de solution d'alimentation et la température de l'air

entrant (Figure III.62). Cette figure indique qu'une hausse de la concentration implique une réduction de la teneur en eau du produit. Il est clair que les particules sont séchées plus rapidement quand la teneur en matière solide des particules est plus élevée. L'humidité du produit fini diminuera si le temps de séjour des particules dans la chambre de séchage n'est pas modifié.

Un comportement similaire a également eu lieu pour la température de l'air entrant. La teneur en eau de la poudre de soja a aussi diminué avec une augmentation de la température T_e , car la quantité de chaleur fournie aux particules a augmenté. La relation entre la teneur en eau de la poudre avec les deux paramètres opératoires suit un modèle de régression avec $R^2 = 92 \%$.

$$Teneur\ en\ eau = 16,9784 + 0,010223*C - 0,0998274*T_e - 0,00979277*C^2 + 0,00114872*C*T_e + 0,000125261*T_e^2 \quad (3.42)$$

III-4.2.B.4. Coefficient de transfert de chaleur volumétrique

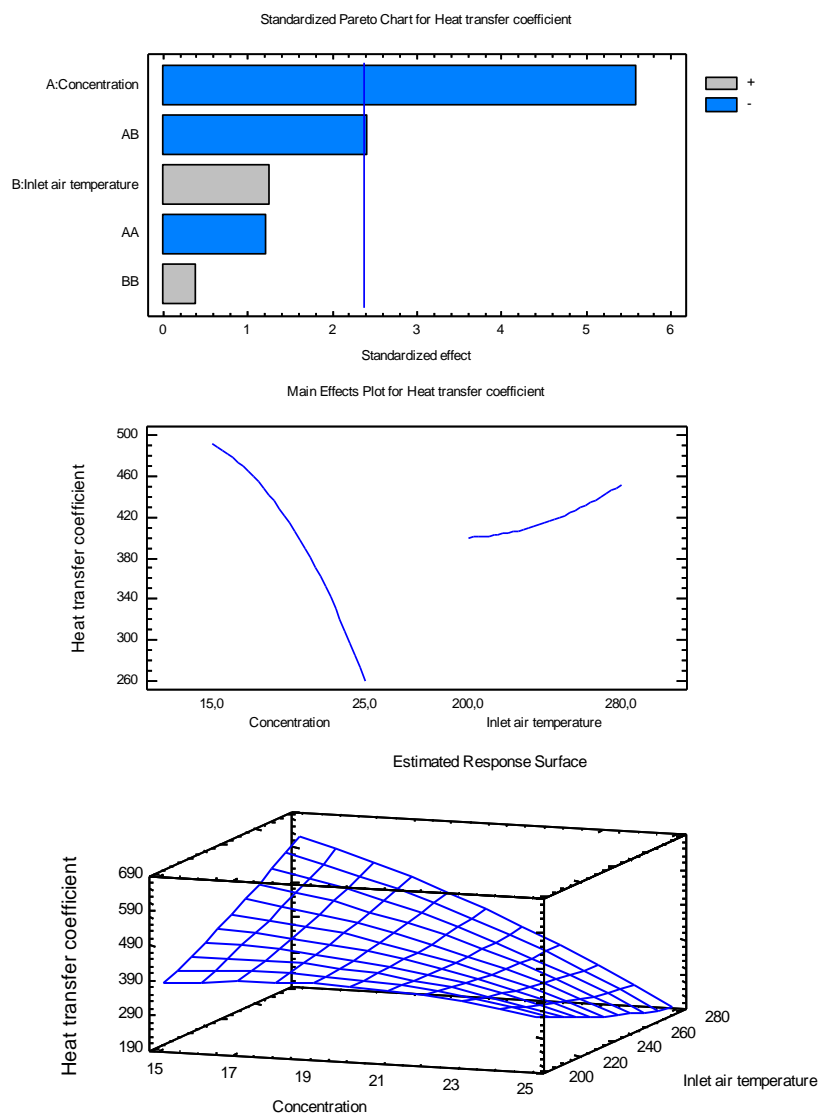


Figure III.63 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique ($\text{kJ/m}^3\text{hK}$)

Le coefficient de transfert de chaleur volumétrique du sécheur par atomisation représente l'intensité de transfert de chaleur entre les particules pulvérisées et l'air chaud dans une unité de volume de la chambre de séchage. Il est généralement utilisé pour estimer préliminairement la taille du sécheur par atomisation. Le dimensionnement correct de la chambre de séchage est essentiel pour minimiser les coûts d'installation, maximiser les performances en produisant des poudres sèche de haute qualité avec des coûts d'exploitation faibles (Masters, 1991).

La figure III.63 représente l'impact de la température de l'air entrant (T_e) et la concentration de solution d'alimentation (C) sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique (h_v) dans le cas de la poudre de soja séchée par atomisation. Cette figure montre que le coefficient de transfert de chaleur volumétrique a augmenté avec une hausse de la température de l'air entrant. Cela peut être expliqué par l'accélération de l'évaporation de l'eau des particules à une température de séchage plus élevée. La concentration de solution d'alimentation a un impact plus important sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique. Plus la concentration est élevée, plus le coefficient de transfert de chaleur volumétrique est réduit. L'augmentation de la teneur en matière solide des gouttelettes atomisées en raison de la hausse de la concentration implique la réduction de la quantité d'eau évaporée dans la chambre de séchage. C'est pourquoi, la quantité de chaleur reçue par les particules diminue et il en résulte que le coefficient de transfert de chaleur volumétrique diminue également. Le modèle de régression reliant le coefficient de transfert de chaleur volumétrique aux deux paramètres opératoires a été trouvé avec $R^2 = 85,3 \%$.

$$h_v = -1836,26 + 156,883*C + 6,94191*T_e - 1,52029*C^2 - 0,495849*C*T_e + 0,00754331*T_e^2 \quad (3.43)$$

III-4.2.B.5. Masse volumique apparente simple

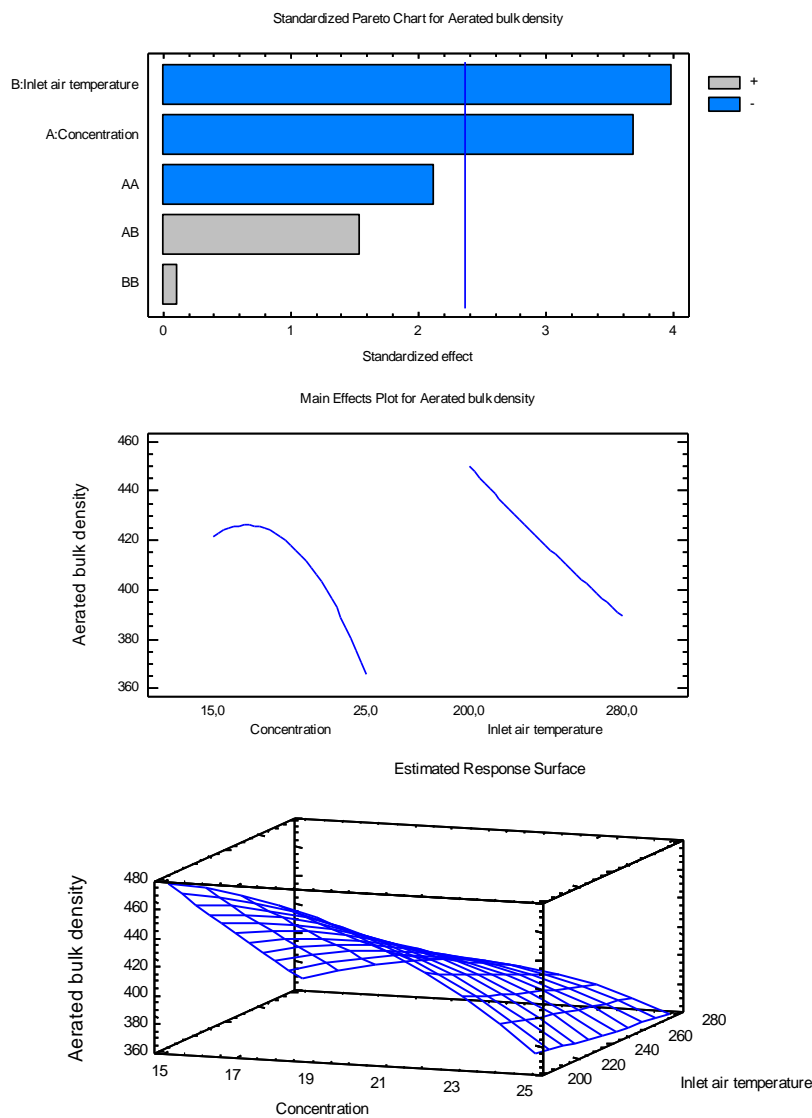


Figure III.64 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique apparente simple (kg.m^{-3})

La figure III.64 représente l'impact de deux paramètres opératoires: la concentration de solution et la température de l'air entrant sur la masse volumique apparente simple du soja. La masse

volumique apparente simple de la poudre de soja séchée par atomisation peut être contrôlée en réglant la température de l'air entrant (T_e) et la concentration de solution d'alimentation (C). Quand on augmente la température T_e , la masse volumique apparente simple de la poudre de soja diminue. La hausse de la température de séchage peut entraîner une évaporation plus rapide de l'eau à la surface des particules. Donc, une croûte peut se former sur la surface de la particule, et la vapeur d'eau est produite à l'intérieur de la particule en raison de la haute température. La libération de la vapeur d'eau va laisser des pores à l'intérieur de la particule. Il en résulte que la masse volumique apparente est réduite.

En plus, la hausse de la teneur en matière solide des particules pulvérisées (en raison de l'augmentation de la concentration) aide ces particules à être séchées plus rapidement dans la chambre de séchage. Cela permet de diminuer l'adhésion quand les particules prennent en contact avec les autres. C'est pourquoi, la masse volumique apparente simple de la poudre de soja décroît également quand la concentration de solution d'alimentation augmente de 15 % à 25 %. Le modèle de régression dans ce cas a été obtenu avec $R^2 = 84 \%$.

$$\rho_a = 930,079 + 5,28534*C - 3,48371*T_e - 0,976125*C^2 + 0,117369*C*T_e + 0,000791167*T_e^2 \quad (3.44)$$

III-4.2.B.6. Masse volumique tassée

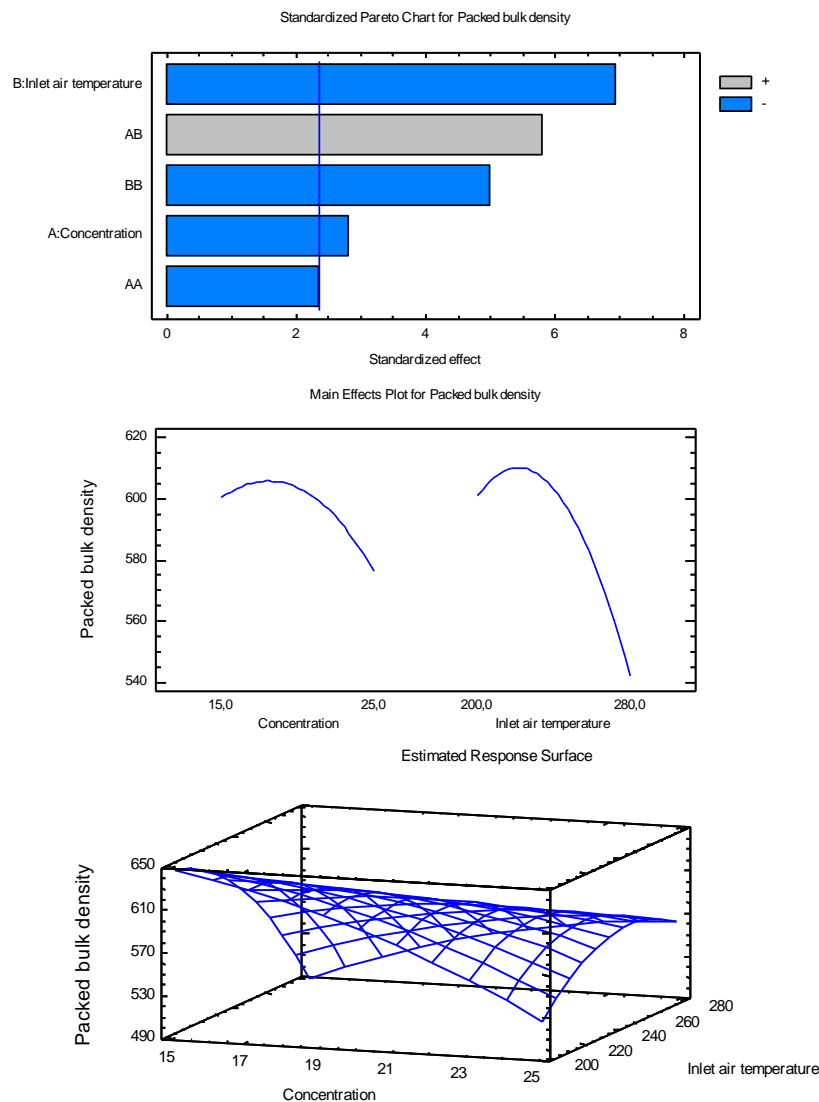


Figure III.65 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant ($^{\circ}\text{C}$) sur la masse volumique tassée (kg.m^{-3})

La figure III.65 indique que la masse volumique tassée de la poudre de soja séchée par atomisation

diminue quand on augmente la température de l'air entrant et la concentration de solution d'alimentation. Ces deux paramètres opératoires ont un effet significatif sur la masse volumique tassée. Toutefois, la température de l'air entrant a une influence plus forte que la concentration de solution.

La diminution de la masse volumique tassée est en relation avec la réduction de la masse volumique apparente simple, car elle a le même comportement que la masse volumique apparente simple. La relation entre la masse volumique tassée avec les deux paramètres opératoires suit un modèle de régression avec $R^2 = 94,4 \%$.

$$\rho_p = 609,105 - 36,7436*C + 3,9376*T_e - 0,60141*C^2 + 0,243529*C*T_e - 0,0198668*T_e^2 \quad (3.45)$$

III-4.2.B.7. Masse volumique intrinsèque

Dans cette étude, la masse volumique intrinsèque de la poudre de soja a été mesurée à l'aide d'un pycnomètre à hélium. Le véritable volume des particules déterminé ne contient pas de pores ouverts, mais il peut comprendre des pores fermés si l'hélium n'est pas capable de pénétrer.

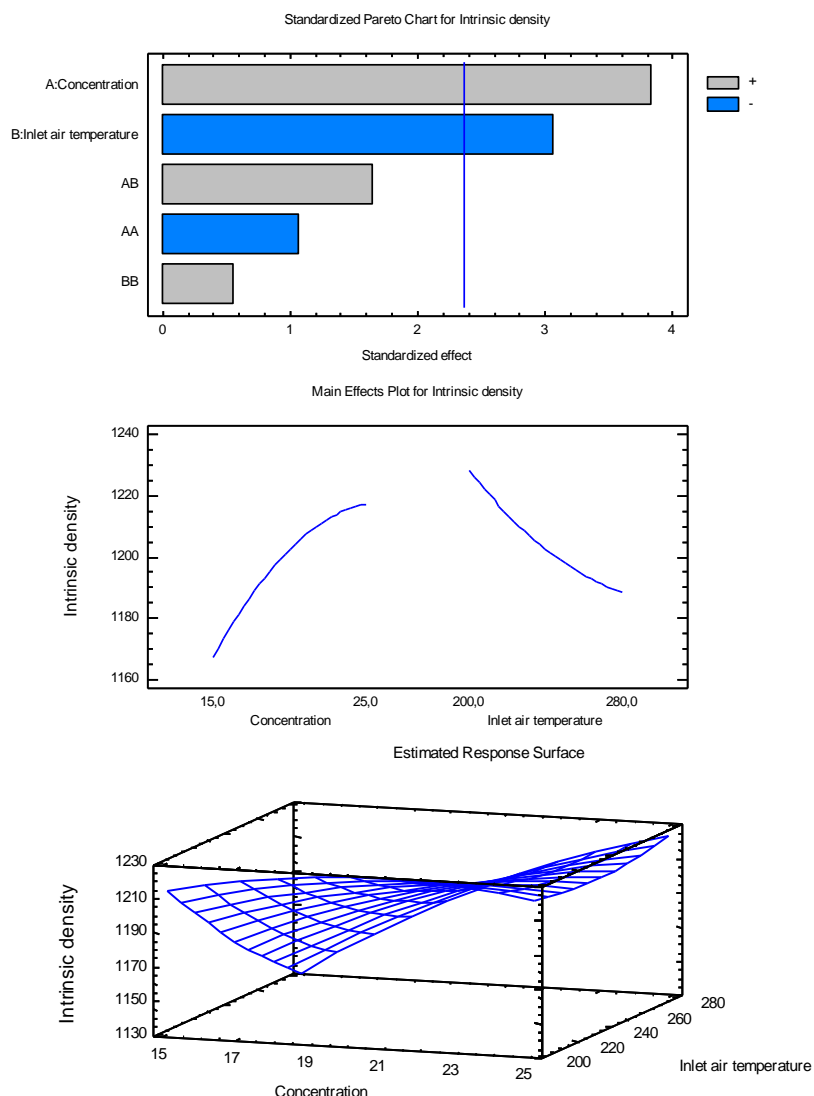


Figure III.66 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la masse volumique intrinsèque (kg.m^{-3})

La valeur moyenne mesurée de la masse volumique intrinsèque de la poudre de soja séchée par atomisation est 1200 kg/m^3 . Elle a légèrement changé quand on avait modifié la température de l'air entrant et la concentration de solution d'alimentation. Une hausse de la température de l'air entrant

implique une légère baisse de la masse volumique intrinsèque. Cela peut être dû à la libération des composants volatiles et à la formation des pores fermés à l'intérieur des particules à haute température de séchage. Au contraire, la masse volumique intrinsèque augmente légèrement quand la concentration de solution croît de 15 % à 25 %. La baisse de la teneur en eau du produit en raison de l'augmentation de la concentration a causé cette tendance. Une tendance similaire a été également rapportée par Boukouvalas et al. (2006) pour les différents produits alimentaires.

Le modèle de régression reliant la masse volumique intrinsèque aux deux paramètres opératoires de l'atomiseur a été trouvé avec $R^2 = 80,2 \%$.

$$\rho_{int} = 1760,96 - 3,71653*C - 4,25838*T_e - 0,421499*C^2 + 0,106382*C*T_e + 0,00340453*T_e^2 \quad (3.46)$$

III-4.2.B.8. Taux de remplissage

Le taux de remplissage est le rapport entre la masse volumique tassée et la masse volumique intrinsèque. Pour la poudre de soja séchée par atomisation dans cette étude, son taux de remplissage varie de 0,452 à 0,531. Parce que le changement de la masse volumique intrinsèque est négligeable, le taux de remplissage doit suivre presque le même comportement que la masse volumique tassée.

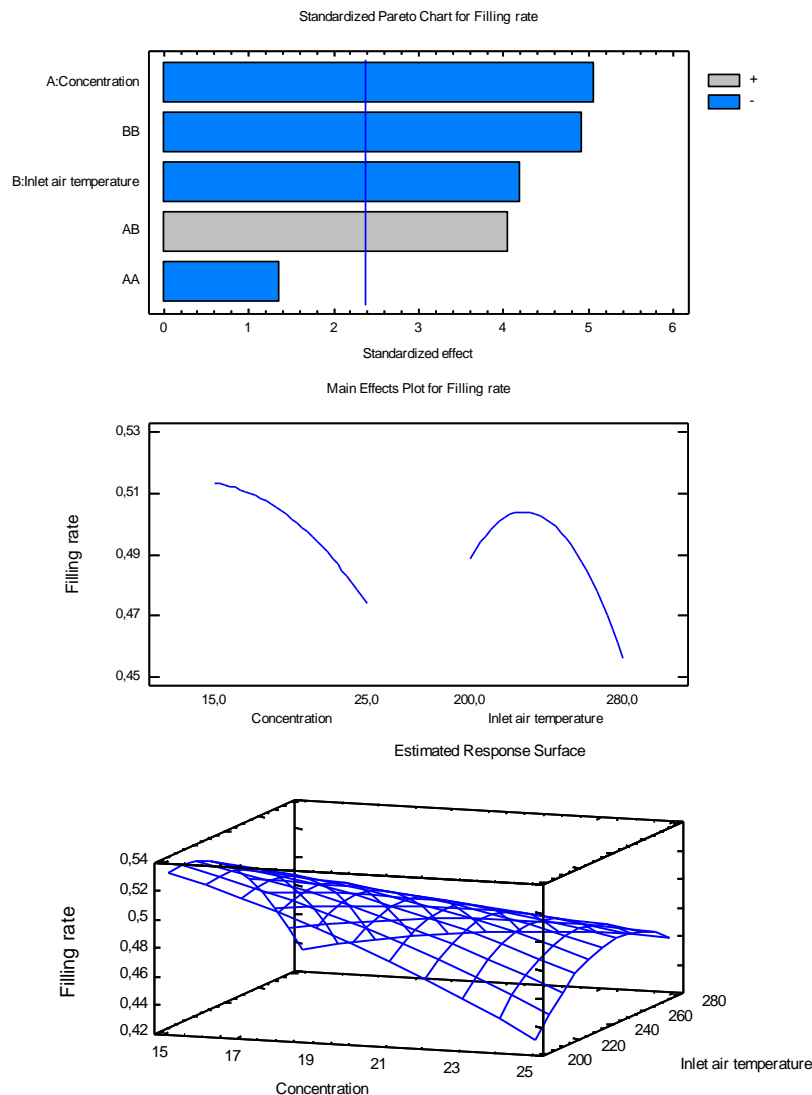


Figure III.67 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le taux de remplissage

La figure III.67 montre aussi que le taux de remplissage de la poudre de soja diminue quand on

augmente la concentration de solution et la température de l'air entrant. Le modèle de régression avec $R^2 = 92,3 \%$ a été donné dans ce cas.

$$\text{Taux de remplissage} = 0,262241 - 0,0289354 * C + 0,00513889 * T_e - 0,000318585 * C^2 + 0,000157325 * C * T_e - 0,0000181075 * T_e^2 \quad (3.47)$$

III-4.2.B.9. Compressibilité

La compressibilité exprime l'aptitude de la poudre à perdre du volume à cause de l'impact mécanique (taper ou comprimer). La compressibilité de la poudre de soja séchée par atomisation varie de 25,8 % à 37,6 % et son évolution est représentée dans la figure III.68.

En général, la compressibilité de la poudre de soja augmente quand la concentration de solution (C) et la température de l'air entrant (T_e) augmentent. Elle diminue légèrement quand la température est supérieure à 248 °C. On peut expliquer ce comportement par le fait que la compressibilité de la poudre augmente avec l'augmentation de la porosité externe (y compris tous les vides et aussi l'air interstitiel entre chaque particule) et diminue avec l'augmentation de la porosité interne des particules (y compris l'air occlus).

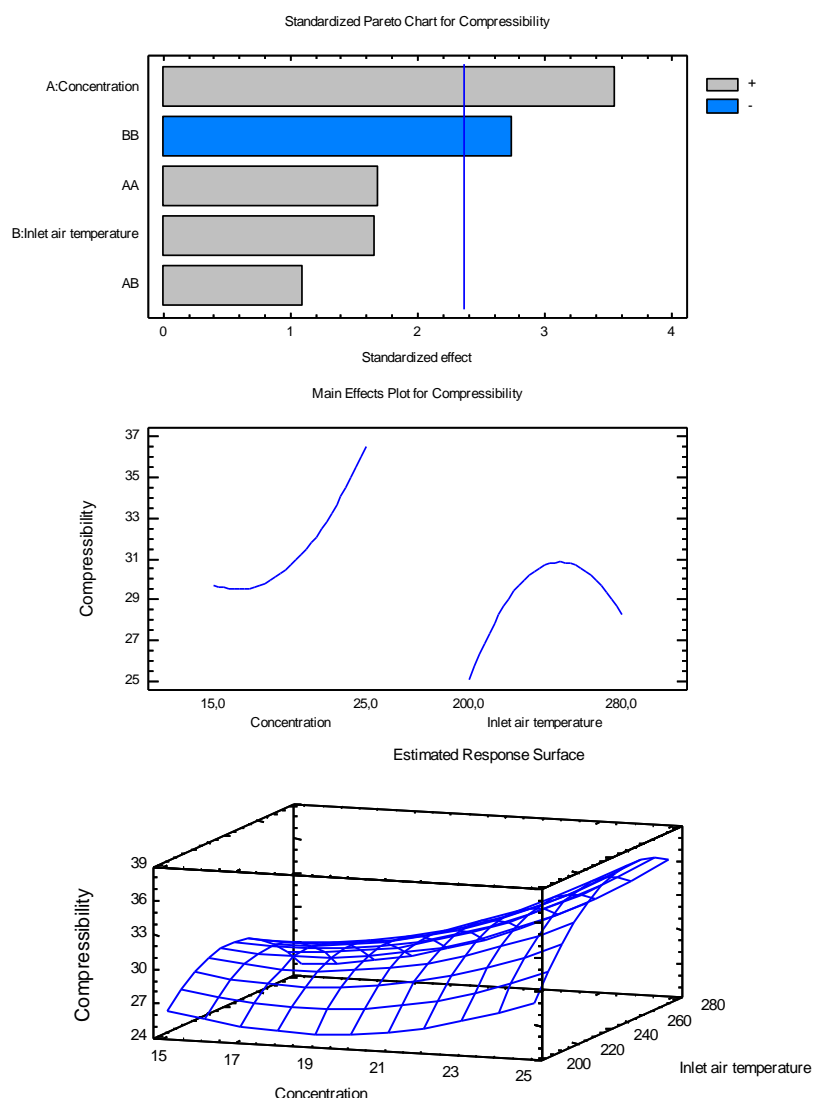


Figure III.68 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la compressibilité (%)

La hausse de la concentration et de la température de séchage aide les particules en suspension dans l'air à sécher plus rapidement dans la chambre de séchage. Donc, la porosité externe est augmentée par une diminution du phénomène d'agglomération des particules. De plus, la teneur en eau du

produit fini diminue aussi avec la hausse de la concentration et de la température de séchage. Cela permet de réduire la formation du pont d'union entre les particules de la poudre récupérée.

Le modèle de régression reliant la compressibilité aux deux paramètres opératoires a été obtenu avec $R^2 = 80,2 \%$.

$$\text{Compressibilité} = -45,3901 - 5,7448 \cdot C + 1,01681 \cdot T_e + 0,0975917 \cdot C^2 + 0,0104883 \cdot C \cdot T_e - 0,00247305 \cdot T_e^2 \quad (3.48)$$

III-4.2.B.10. Indice de Hausner

L'indice de hausner de la poudre de soja séchée par atomisation dans cette étude est compris entre 1,34 et 1,60. L'indice de hausner est utilisé pour évaluer la coulabilité des poudres alimentaires. Selon la classification de Hayes (1987), la poudre de soja atomisée possède un écoulement difficile et très difficile (Tableau II-9).

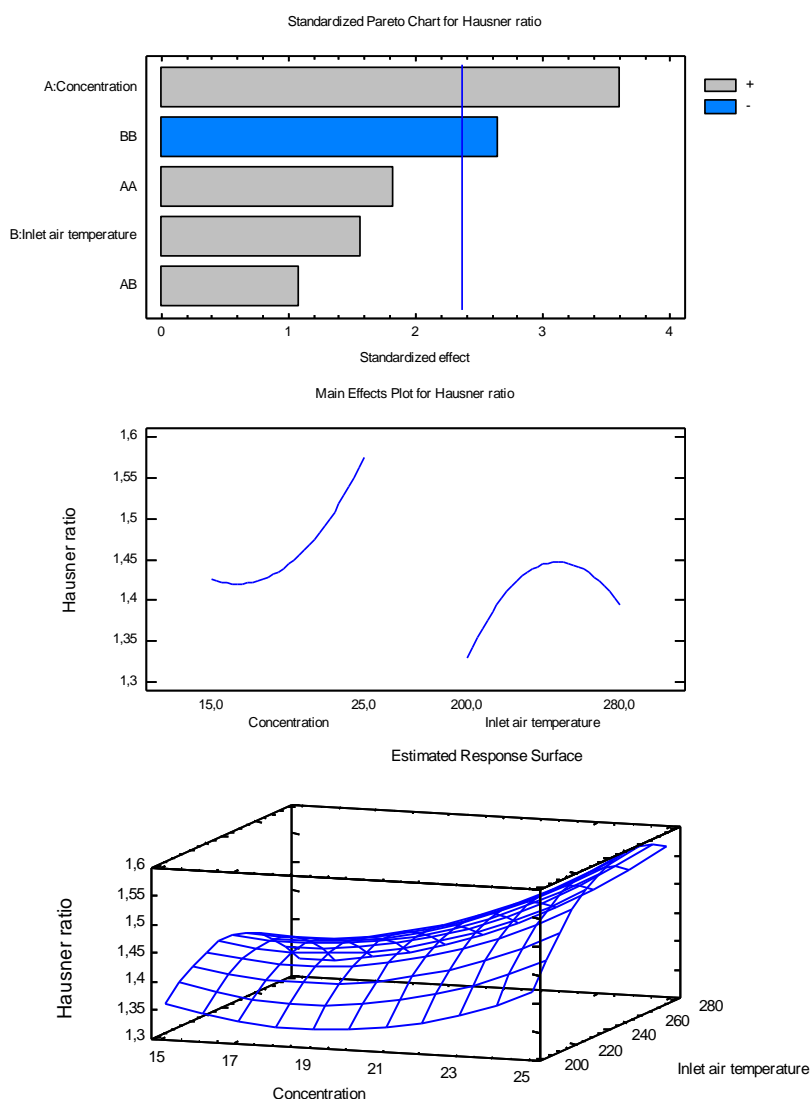


Figure III.69 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur l'indice de Hausner

En réalité, l'amélioration de la coulabilité (ou diminution de l'indice de Hausner) des poudres alimentaires séchées par atomisation est très difficile à réaliser seulement avec le réglage des paramètres opératoires de l'atomiseur. Deux méthodes souvent utilisées pour améliorer la coulabilité des poudres alimentaires sont d'ajouter une petite quantité de poudre fine en tant qu'agent anti-adhérent ou d'utiliser le processus d'agglomération après le séchage par atomisation (Dhanalakshmi et al., 2011).

Dans cette étude, l'indice de Hausner de la poudre de soja diminue quand on diminue la concentration de solution et la température de l'air entrant (Figure III.69). Toutefois, la coulabilité de la poudre de soja appartient encore à l'écoulement difficile. Cette évolution de l'indice de Hausner peut être expliquée par le comportement de la compressibilité de la poudre. En général, plus la compressibilité est élevée, plus la coulabilité est pauvre (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Le modèle de régression dans ce cas a été obtenu avec $R^2 = 80,2 \%$.

$$\text{Indice de Hausner} = -0,00975217 - 0,128056*C + 0,0207681*T_e + 0,00224837*C^2 + 0,000219756*C*T_e - 0,0000507609*T_e^2 \quad (3.49)$$

III-4.2.B.11. Porosité

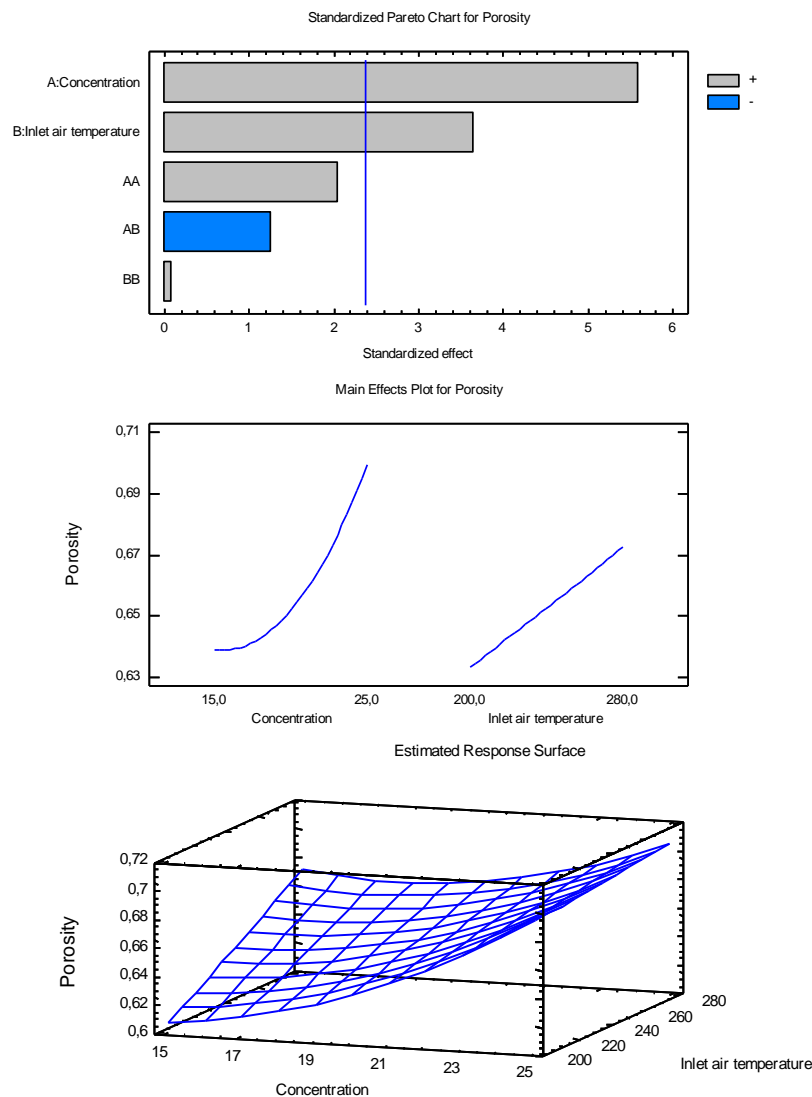


Figure III.70 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la porosité

La figure III.70 montre que tous les deux paramètres opératoires étudiés influent significativement sur la porosité de la poudre de soja atomisée. Toutefois, la concentration de solution d'alimentation a une influence plus importante que la température de l'air entrant. Plus la concentration et la température de séchage augmentent, plus la porosité de la poudre augmente. En raison de l'augmentation de la teneur en matière solide des particules ainsi que de la température de séchage, la durée de séchage des particules en suspension dans l'air est réduite. Les particules deviennent plus rapidement sèches. Donc, ces particules ont très peu d'occasions de se fusionner avec les autres. L'agglomération des particules dans la chambre de séchage diminue et il en résulte que la porosité de la poudre croît. Par ailleurs, une croûte peut être formée à la surface de la particule à cause de l'évaporation rapide. La libération de la vapeur d'eau qui est produite à l'intérieur de la

particule va laisser plus de pores. Toutefois, l'opération d'atomisation avec une solution plus concentrée à une température plus élevée peut entraîner la dégradation du produit à cause de la perte d'arôme et de couleur.

La relation entre la porosité de la poudre et les deux paramètres opératoire de l'atomiseur suit un modèle de régression avec $R^2 = 87,8 \%$.

$$\text{Porosité} = 0,385454 - 0,00455726 * C + 0,00162064 * T_e + 0,000667678 * C^2 - 0,000067425 * C * T_e + 4,46408E-7 * T_e^2 \quad (3.50)$$

III-4.2.B.12. Volume de l'air interstitiel

Le volume de l'air interstitiel de la poudre de soja séchée par atomisation dans cette étude varie de 73 cm^3 à 103 cm^3 et il augmente avec la hausse de la température de l'air entrant ainsi que de la concentration de solution d'alimentation (Figure III.71). La température de l'air entrant est le facteur influant plus fort sur ce volume.

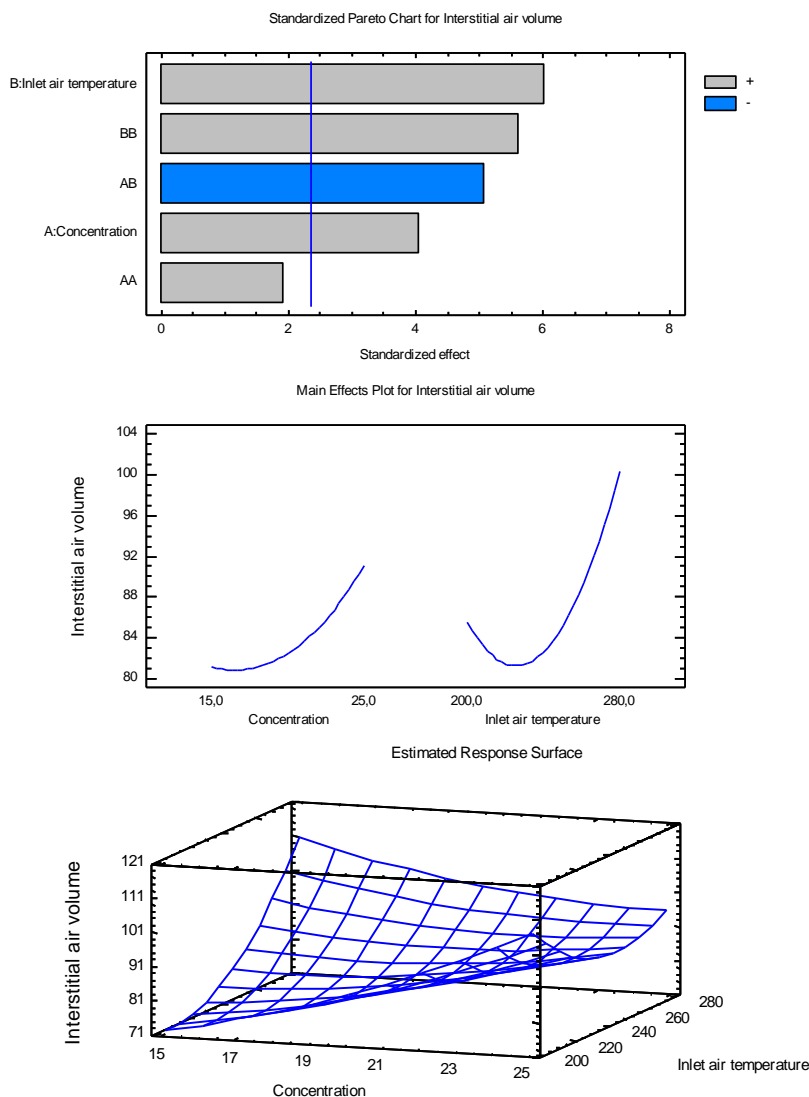


Figure III.71 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le volume de l'air interstitiel (cm^3)

L'augmentation du volume de l'air interstitiel concerne la formation des cavités et des espaces entre les particules. Dans l'opération d'atomisation, la réduction de l'agglomération des particules dans la chambre de séchage qui est responsable de ce comportement. De plus, l'humidité plus basse du produit fini qui a été récupéré dans le réservoir permet de diminuer la formation des ponts liquides entre les particules (Barbosa-Cánovas et al., 2005). C'est pourquoi, les vides et les interstices entre

les particules deviennent plus grands et il en résulte que le volume de l'air interstitiel augmente. Le modèle de régression reliant ce volume aux deux paramètres opératoires a été trouvé avec $R^2 = 94,1 \%$.

$$V_{ai} = 152,003 + 10,0861*C - 1,68213*T_e + 0,141576*C^2 - 0,0615491*C*T_e + 0,00644788*T_e^2 \quad (3.51)$$

III-4.2.B.13. Indice de mouillabilité

La mouillabilité décrit la capacité des particules de poudre d'absorber de l'eau à leur surface. Dans cette étude, l'indice de mouillabilité de la poudre de soja atomisée a considérablement varié de 22 seconds à 1100 seconds. Cela montre que les conditions opératoires de l'atomiseur ont une grande influence sur la mouillabilité de la poudre.

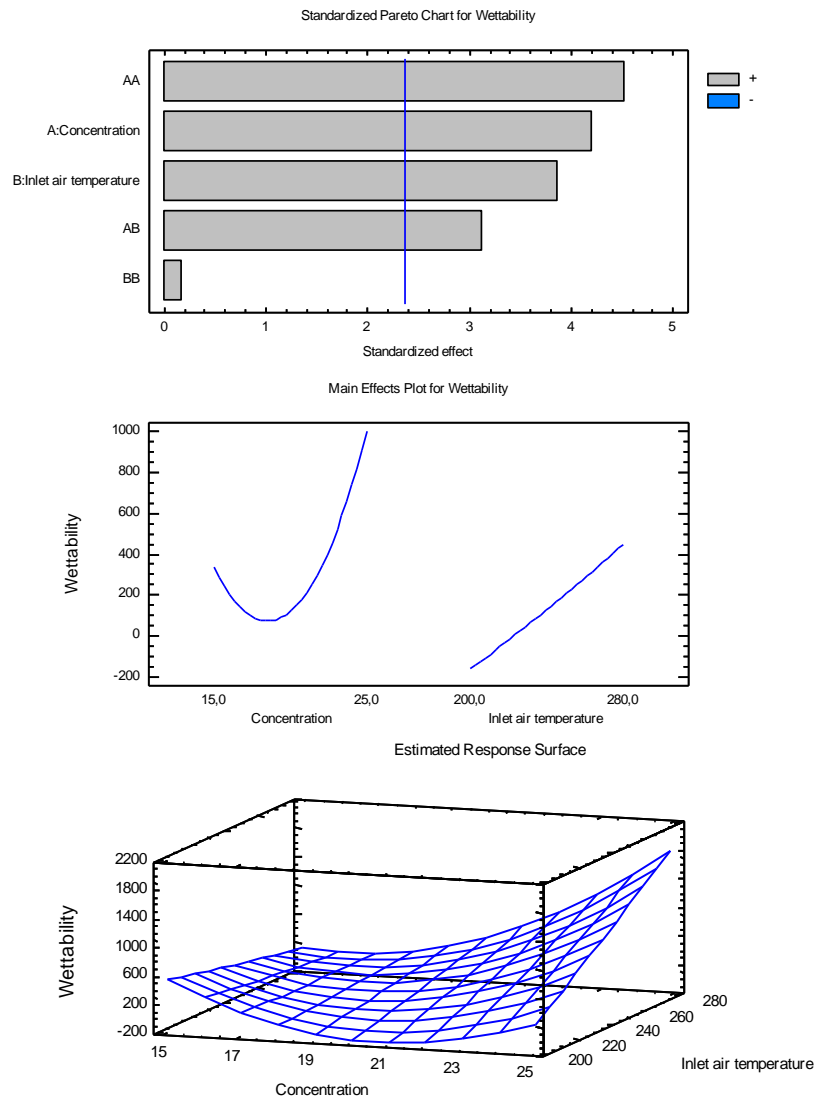


Figure III.72 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur l'indice de mouillabilité (s)

Généralement, l'indice de mouillabilité de la poudre de soja augmente quand on augmente la température de l'air entrant et la concentration de solution d'alimentation (Figure III.72). La hausse de ces deux paramètres opératoires implique une réduction de l'agglomération des particules dans la chambre de séchage. Donc, les particules ayant la taille plus petite sont formées dans le produit fini. Ortega Rivas (2009) a indiqué que les petites particules qui représentent un grand rapport de surface/masse ne peuvent pas être mouillées individuellement, mais peuvent s'agglutiner ensemble et partager une couche de surface mouillée. Cette couche permet de réduire la vitesse à laquelle l'eau pénètre dans la touffe de particules. C'est pourquoi, le temps nécessaire à l'échantillon de

s'enfoncer dans l'eau est allongé. En d'autres termes, l'indice de mouillabilité croît.

La relation entre l'indice de mouillabilité et les deux paramètres opératoires de l'atomiseur suit un modèle de régression avec $R^2 = 90 \%$.

$$\text{Indice de mouillabilité} = 18096,6 - 1381,79 \cdot C - 47,645 \cdot T_e + 21,4929 \cdot C^2 + 2,44978 \cdot C \cdot T_e + 0,0129268 \cdot T_e^2 \quad (3.52)$$

III-4.2.B.14. Capacité de rétention d'eau

Les interactions de l'eau et de l'huile avec des protéines sont très importantes dans les systèmes alimentaires en raison de leurs effets sur la saveur et la texture des aliments. Les facteurs intrinsèques affectant la rétention d'eau de la protéine alimentaire comprennent la composition en acides aminés, la conformation des protéines, la polarité de surface et la hydrophobicité (Barbut, 1996). Cependant, les méthodes de transformation des aliments ont aussi des impacts importants sur la capacité de rétention d'eau des aliments.

La figure III.73 illustre l'évolution de la capacité de rétention d'eau de la poudre de soja en fonction de deux paramètres opératoires de l'atomiseur. La capacité de rétention d'eau de la poudre de soja dans cette étude varie de 0,7 à 1,1 g eau/ g poudre. En général, elle augmente quand on diminue la concentration de solution d'alimentation et la température de l'air entrant.

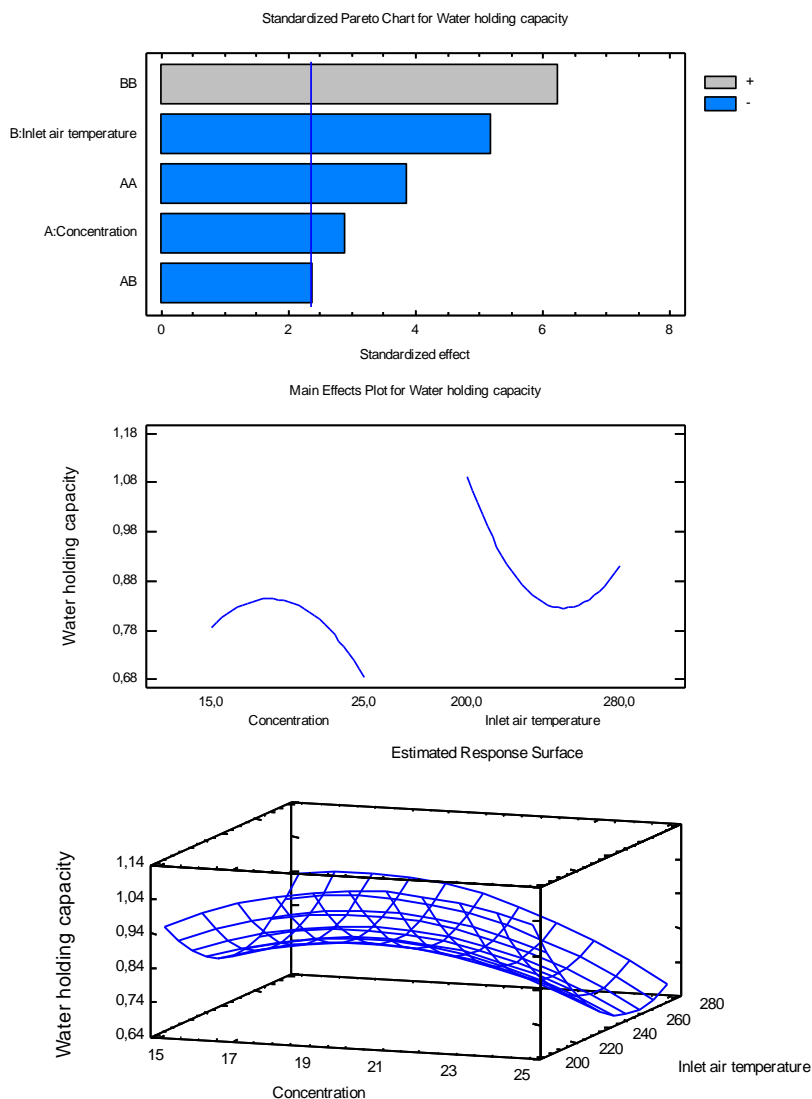


Figure III.73 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la capacité de rétention d'eau (g eau/ g poudre)

Le processus d'évaporation de l'eau à la surface des particules a lieu plus lentement en raison de la

diminution de la température de séchage et de la teneur en matière solide des particules. La surface de la particule en suspension n'est pas entièrement solidifiée, reste collante. Quand ces particules entrent en collision avec les autres, elles peuvent s'agglomérer et les plus grosses particules sont formées. Par conséquent, la capacité de rétention d'eau de la poudre est plus élevée. Ce comportement a aussi été relevé par Cadden (1987) et Sharma et al. (2013) que les plus grosses particules ont une capacité de rétention d'eau plus élevée par rapport aux plus petites particules, en raison de leur plus grande capacité à retenir l'eau à l'intérieur de la matrice de la paroi cellulaire.

Le modèle de régression reliant la capacité de rétention d'eau de la poudre de soja à la température de l'air entrant et à la concentration de solution a été obtenu avec $R^2 = 93,6 \%$.

$$WHC = 3,87008 + 0,250979*C - 0,043103*T_e - 0,00405206*C^2 - 0,000412042*C*T_e + 0,000102282*T_e^2 \quad (3.53)$$

III-4.2.B.15. Capacité de rétention d'huile

La capacité de rétention d'huile (OHC) de la poudre de soja séchée par atomisation est plus élevée que sa capacité de rétention d'eau. Elle est comprise entre 1,3 et 1,7 g huile/ g poudre. L'impact de deux paramètres opératoires de l'atomiseur sur la capacité de rétention d'huile de la poudre de soja a été examiné et représenté dans la figure III.74.

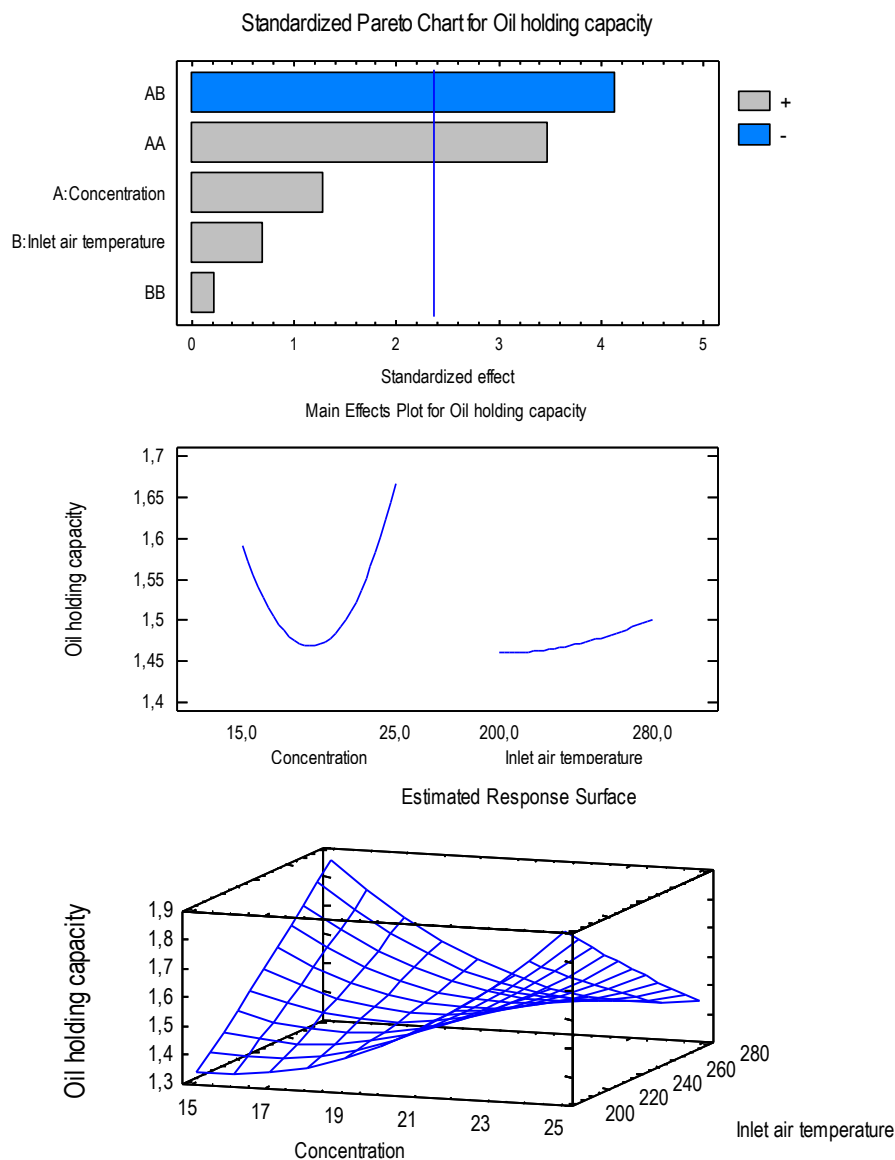


Figure III.74 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur la capacité de rétention d'huile (g huile/ g poudre)

Cette figure indique que la température de l'air entrant a une influence négligeable sur l'OHC de la poudre de soja. Une légère hausse de l'OHC résulte de l'augmentation de température de 200 °C à 280 °C. La concentration de solution d'alimentation influe plus nettement sur l'OHC. Initialement, la capacité de rétention d'huile diminue quand on augmente la concentration de solution; ensuite, elle croît si la concentration est supérieure à 19,4 % (au minimum de la courbe).

Selon Zayas (1997), l'absorption des matières grasses est communément attribuée au piégeage physique de matières grasses par la protéine. C'est pourquoi, la surface spécifique et la porosité de la particule joue un rôle important dans l'évolution de l'OHC de la poudre. Dans cette étude, à une concentration de solution inférieure à 19,4 %, la teneur en eau des gouttelettes pulvérisées est assez élevée. Ces particules sont rétrécies considérablement après avoir été séchées. Donc, la structure de la particule est plus compacte. D'autre part, avec une concentration basse, le temps d'évaporation de la particule est plus lent, et cela permet d'augmenter la capacité de s'agglutiner les particules. Par conséquent, la capacité de rétention d'huile de la poudre diminue.

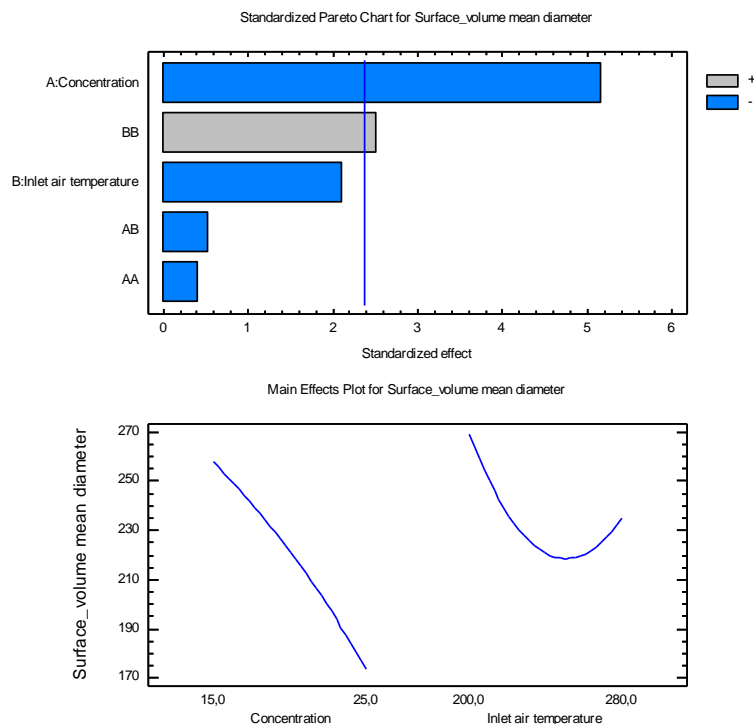
Quand la concentration est supérieure à 19,4 %, la teneur en matière solide des gouttelettes pulvérisées est plus élevée. Le temps d'évaporation est réduit, et la surface de la particule est entièrement solidifiée quand la particule reste encore en suspension dans la chambre de séchage. Cela facilite la formation des pores à l'intérieur de la particule et la diminution de l'agglomération des particules. Il en résulte que la capacité de rétention d'huile de la poudre augmente.

Le modèle de régression dans ce cas a été obtenu avec $R^2 = 81,8 \%$.

$$OHC = -1,81397 + 0,0509955 * C + 0,0219785 * T_e + 0,00626091 * C^2 - 0,00122439 * C * T_e + 0,00000630228 * T_e^2 \quad (3.54)$$

III-4.2.B.16. Diamètre moyen surface-volume de la poudre

La figure III.75 montre l'évolution du diamètre moyen surface-volume (d_{sv}) de la poudre de soja en fonction de deux paramètres opératoires de l'atomiseur. Selon cette figure, le diamètre moyen surface-volume de la poudre augmente avec une diminution de la température de l'air entrant ainsi que de la concentration de solution d'alimentation. Le phénomène d'agglomération des particules dans la chambre de séchage est responsable de ce comportement et cela clarifie donc les suppositions à propos de l'agglutination des particules en suspension dans la chambre de séchage qui a été mentionnée ci-dessus.



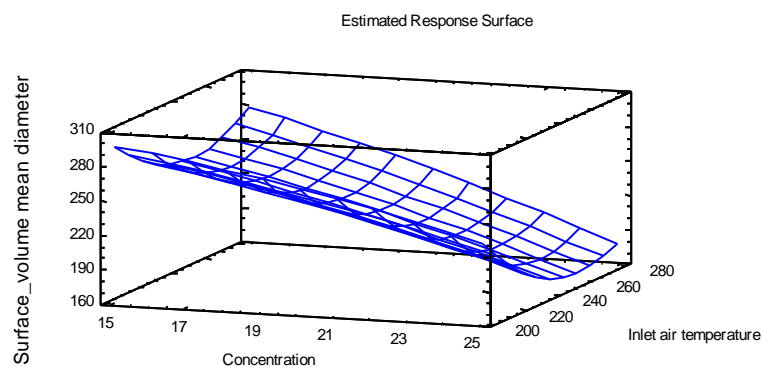


Figure III.75 : Impact de la concentration (%) et de la température de l'air entrant (°C) sur le diamètre moyen surface-volume de la poudre (μm)

La dépendance du diamètre moyen de la poudre de soja aux deux paramètres opératoires de l'atomiseur suit un modèle de régression avec $R^2 = 84,6 \%$.

$$d_{sv} = 1312,47 + 10,3127*C - 8,83088*T_e - 0,205131*C^2 - 0,0436265*C*T_e + 0,0193243*T_e^2 \quad (3.55)$$

III-4.2.C. Optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur

Un système de séchage par atomisation est censé fonctionner efficacement s'il peut satisfaire à une série de critères tels que la qualité et le rendement du produit fini, la consommation d'énergie, les risques d'explosion et d'incendie, la pollution de l'environnement, etc. Néanmoins, dépendant des intérêts du producteur et du consommateur, on peut choisir les différents buts d'optimisation. Dans le cadre de cette étude, nous avons exécuté l'optimisation de l'opération d'atomisation en vue d'atteindre le double objectif qui consiste à améliorer la qualité de la poudre de soja en tenant compte de l'efficacité de transfert de chaleur dans la chambre de séchage. Afin d'atteindre ce but, les trois paramètres suivants ont été choisis:

- **Capacité de rétention d'eau** : la poudre de soja est souvent utilisée en tant que l'ingrédient alimentaire dans les formulations. Puisque la majorité des produits alimentaires ordinaires contiennent plus de 50% d'eau et parfois jusqu'à 95% (Barbut, 1996), l'obtention d'une capacité de rétention d'eau maximale est très indispensable. Cela permet de réduire les pertes de liquides au cours du traitement des formulations (cuisson, congélation...).
- **Porosité**: la porosité est une propriété physique importante caractérisant la texture et la qualité des poudres alimentaires. Elle a un effet direct sur les autres propriétés fonctionnelles de la poudre. L'obtention d'une porosité maximale permet d'augmenter la surface spécifique de la poudre sans supporter des problèmes causés par la présence des fines particules. Donc, elle est très significative dans toutes les applications où la surface joue un rôle primordial, par exemple le transfert de chaleur et de masse.
- **Coefficient de transfert de chaleur volumétrique**: dans l'opération de séchage par atomisation, l'intensité de transfert de chaleur et de masse entre les particules pulvérisées et l'air chaud dans la chambre de séchage est reflétée à travers ce coefficient de transfert de chaleur volumétrique. C'est pourquoi, afin d'obtenir une haute efficacité énergétique, ce coefficient doit être maximisé.

Les équations de régression (3.43), (3.50) et (3.53) ont été utilisées pour optimiser à l'aide du logiciel Statgraphics Centurion XV version 15. Les résultats d'optimisation pour chaque réponse individuelle sont résumés ci-dessous:

Tableau III-16: Résultats d'optimisation pour chaque réponse individuelle

Facteur	WHC (g eau/g poudre)		Porosité		h_v (kJ/m ³ hK)	
	Max	Min	Max	Min	Max	Min
	1,094	0,641	0,706	0,600	627,48	199,82
Concentration de solution (%)	20,8	25	25	15	15	25
Température de l'air entrant (°C)	200	261	280	200	280	280

Afin de trouver les deux paramètres opératoires optimaux (C et T_e) qui satisfont simultanément à toutes les trois cibles : la maximisation de la capacité de rétention d'eau, la maximisation de la porosité et la maximisation du coefficient de transfert de chaleur volumétrique, l'analyse d'optimisation de réponses multiples doit être réalisée. Toutefois, il est en fait difficile d'optimiser simultanément plusieurs cibles car l'obtention d'une cible peut influencer négativement sur les autres cibles.

Dans cette étude, nous avons fabriqué la poudre de soja en vue de l'utiliser pour comparer la qualité avec les poudres de soja qui sont fabriquées par les autres méthodes. C'est pourquoi, nous avons choisi le niveau d'impact de deux paramètres de qualité (la capacité de rétention d'eau et la porosité) égal à 3 tandis que celui du coefficient de transfert de chaleur volumique est égal à 1. Les résultats de l'optimisation de réponses multiples montrent que la capacité de rétention d'eau maximale pouvant être obtenue pour le sécheur APV-PSD 52 est 1,0225 g eaux/ g poudre; la porosité maximale pouvant être atteinte est 0,694; et le coefficient de transfert de chaleur volumétrique maximal dans ce cas est 346,5 kJ/m³hK. Les deux paramètres opératoires optimaux de l'atomiseur sont:

- Concentration de solution d'alimentation : $C = 25 \%$
- Température de l'air entrant : $T_e = 200 \text{ }^\circ\text{C}$

Ces paramètres opératoires optimaux ont été utilisés pour fabriquer la poudre de soja avec l'addition des adjuvants de séchage (gomme arabique et maltodextrine). Le produit fini a été utilisé pour comparer la qualité avec les autres poudres de soja dans le chapitre III-3. L'impact du taux entre la maltodextrine et la gomme arabique sur les propriétés de la poudre de soja va présenter dans le chapitre III-5.

III-4.3. CONCLUSION

Les analyses sur l'impact de la concentration de solution d'alimentation et de la température de l'air entrant sur les propriétés de la poudre de soja et les autres conditions opératoires de l'atomiseur ont été réalisées. Les résultats montrent que la qualité de la poudre de soja, ainsi que la relation entre les conditions opératoires peuvent être contrôlées à travers le réglage de la concentration de solution et de la température de l'air entrant. Concrètement, une hausse de la concentration de solution implique une augmentation de la masse volumique intrinsèque, la compressibilité, l'indice de hausner, la porosité, le volume de l'air interstitiel, l'indice de mouillabilité, la température de l'air sortant; et une réduction de la masse volumique apparente simple et tassée, le taux de remplissage, la capacité de rétention d'eau, le diamètre moyen surface-volume de la poudre, le débit d'alimentation, la teneur en eau de la poudre et le coefficient de transfert de chaleur volumétrique; tandis que la capacité de rétention d'huile de la poudre peut augmenter ou diminuer. La température de l'air entrant a aussi une influence claire sur les propriétés de la poudre. La masse volumique apparente simple, la masse volumique tassée et intrinsèque, le taux de remplissage, la capacité de

rétenction d'eau, le diamètre moyen et la teneur en eau de la poudre diminuent avec une augmentation de la température de séchage; tandis que les autres propriétés telles que la compressibilité, l'indice de hausner, la porosité, le volume de l'air interstitiel, l'indice de mouillabilité, la capacité de rétenction d'huile, le débit d'alimentation, la température de l'air sortant et le coefficient de transfert de chaleur volumétrique augmentent quand on augmente la température de l'air entrant.

L'analyse indique également que le phénomène de collision et d'agglomération des particules dans la chambre de séchage a une grande influence sur les propriétés du produit fini. Le fonctionnement de l'atomiseur à une haute température de l'air entrant et à une concentration élevée de la solution d'alimentation peut permettre de réduire ce phénomène. Néanmoins, cela peut entraîner la dégradation du produit fini à cause de la perte de l'arôme et de la couleur naturelle.

L'optimisation des conditions opératoires de l'atomiseur a été aussi effectuée en vue d'atteindre le double objectif qui consiste à améliorer la qualité de la poudre de soja en tenant compte de l'efficacité de transfert de chaleur dans la chambre de séchage. La concentration optimale et la température de séchage optimale sont respectivement 25 % et 200 °C.

CHAPITRE III-5.

IMPACTS DU TAUX (MD/GA) DANS LA FABRICATION DE LA POUDRE DE SOJA PAR ATOMISATION

III-5.1. RESUME

Dans les procédés de fabrication des poudres alimentaires par atomisation, le comportement de séchage est difficile à prévoir et souvent difficile à réaliser dans les grands séchoirs à cause de la présence des sucres, sels, protéines, graisses, nucléotides, etc (Meesters, 2002). Particulièrement, la teneur en matière grasse du soja est très élevée, environ 20 % (Riaz, 2006). Les propriétés d'écoulement de ces produits causent de nombreux problèmes dans la fabrication. Le collage des produits sur les parois de la chambre de séchage pendant le séchage par atomisation est aussi un grave problème. Il conduit à une perte de produits et l'augmentation des coûts de nettoyage et d'effluents. L'efficacité de récupération du produit diminue considérablement. L'adhérence des produits dans la chambre de séchage peut également entraîner des incendies dans la chambre de séchage à cause de l'inflammation du produit. Le comportement collant au cours du séchage et la hygroscopicité de ces produits complexes peuvent être contrôlés par l'utilisation des adjuvants du séchage. Ces additifs sont le groupe des hydrates de carbone tels que l'amidon, la carboxy méthyl cellulose, la gomme arabique, la maltodextrine et le groupe des protéines telles que la gélatine (Barbosa-Cánovas et al., 2005 ; Nurhadi et al., 2012 ; Wang and Zhou, 2013).

Le but de ce chapitre est d'étudier les impacts du taux MD/GA dans la fabrication de la poudre de soja séchée par atomisation sur les propriétés du produit fini et les autres conditions opératoires de l'atomiseur. La poudre de soja a été produite selon le protocole dans la figure II.12, avec les deux paramètres opératoires optimaux qui ont été trouvés dans le chapitre III-4:

- Concentration de solution d'alimentation : $C_{opt} = 25 \%$
- Température de l'air entrant : $T_{opt} = 200 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Le taux MD/GA a été varié selon le plan d'expériences dans le tableau II-18. Les résultats obtenus montrent que les propriétés de la poudre de soja peuvent être améliorées et contrôlées quand on modifie le taux MD/GA dans la solution d'alimentation. En vue d'accroître le rendement, d'intensifier l'efficacité de transfert de chaleur dans le chambre de séchage et d'améliorer quelques propriétés de la poudre de soja telles que la capacité de rétention d'eau, l'indice de mouillabilité, l'indice de hauner et la capacité de rétention d'huile, le meilleur taux MD/GA obtenu est 0,67.

III-5.2. RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats de calcul et d'expérience pour la poudre atomisée du soja avec la GA et la MD sont représentés dans le tableau VII-9 dans la Partie VII - Annexes. Les données expérimentales pour l'atomisation du soja avec MD/GA sont exprimées dans le tableau VII-15, et le résumé des résultats de calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans ce cas est représenté dans le tableau VII-16. Les analyses sur l'impact du taux MD/GA dans la fabrication de la poudre de soja par atomisation sont présentées ci-dessous.

III-5.2.A. Débit d'alimentation

Le débit d'alimentation est l'un des paramètres opératoires utilisés pour contrôler la teneur en eau du produit et la température de l'air sortant. L'obtention d'un débit d'alimentation maximal permet d'augmenter le rendement du système de séchage, et de profiter au maximum de la capacité de la buse. La figure III.76 illustre la dépendance de ce débit au taux MD/GA dans la solution d'alimentation. Selon cette figure, le débit d'alimentation augmente quand le taux MD/GA augmente, et le débit maximal de 3,551 ml/s a été atteint au taux MD/GA de 0,67 (40 % MD et 60 % GA).

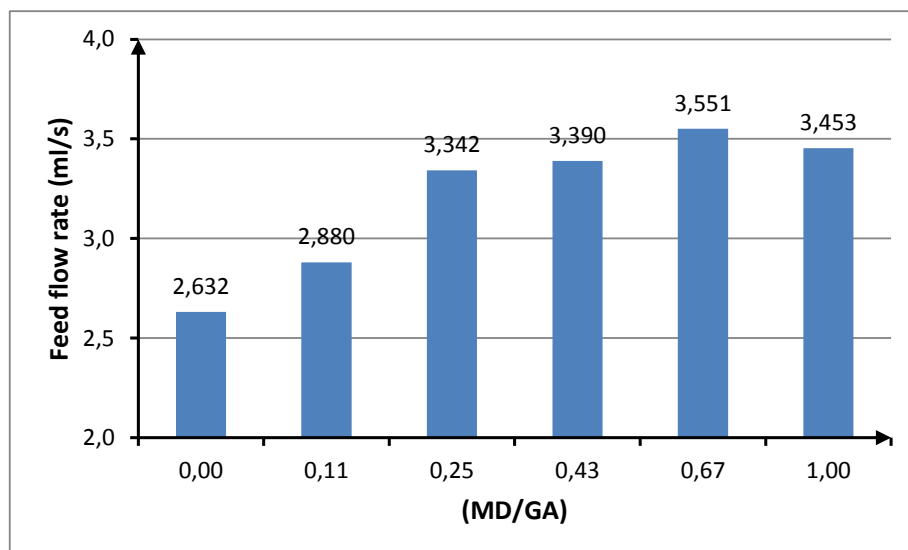


Figure III.76 : Impact du taux MD/GA sur le débit d'alimentation (mL/s)

Dans tous les essais, la concentration de solution d'alimentation a été maintenue constante. Donc, la hausse du taux MD/GA signifie que la teneur en MD dans la solution augmente, et la teneur en GA diminue en même temps. Puisque la viscosité de la solution de maltodextrine est plus basse que celle de la solution de gomme arabique (Matsumura et al., 2000), la viscosité de la solution d'alimentation dans ce cas diminue. Cela implique une augmentation du débit d'alimentation car la pression de l'air comprimé à la buse pneumatique est maintenue constante à 6 bar.

III-5.2.B. Température de l'air sortant

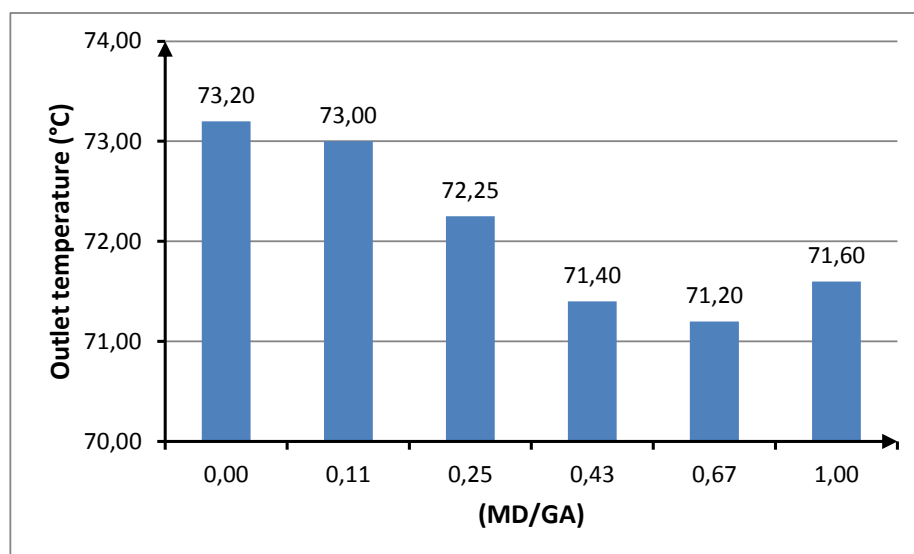


Figure III.77: Impact du taux MD/GA sur la température de l'air sortant (°C)

Une haute température de l'air sortant de la chambre de séchage peut causer le gaspillage et les pertes de chaleur. Les producteurs souhaitent toujours atteindre la température de l'air sortant le plus basse possible sans influencer sur la qualité de la poudre.

Dans cette étude, la température de l'air entrant a été toujours maintenue constante à 200 °C dans tous les essais. C'est pourquoi, l'augmentation du débit d'alimentation, en raison de la hausse du taux MD/GA, a entraîné la réduction de la température de l'air sortant (Figure III.77). La température minimale de l'air sortant de 71,2 °C a été observée quand le séchoir fonctionnait au taux MD/GA de 0,67.

III-5.2.C. Coefficient de transfert de chaleur volumétrique

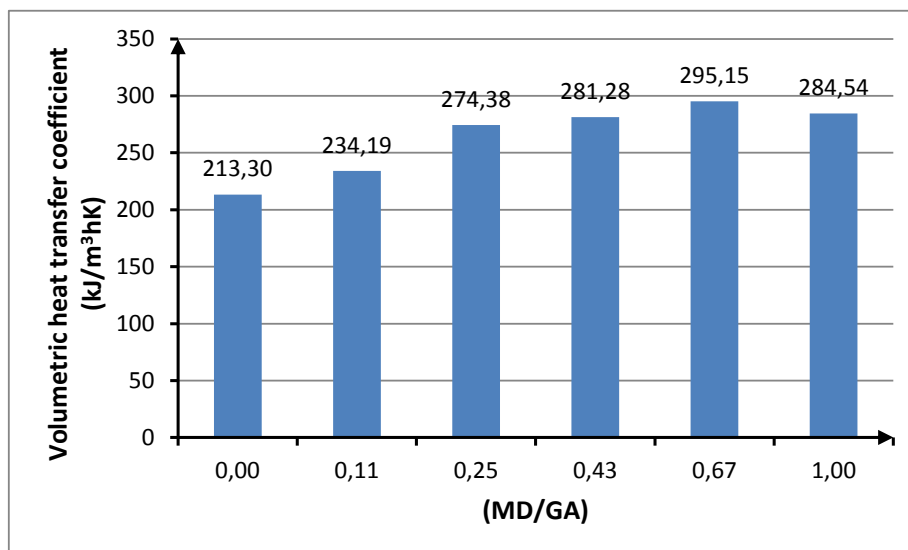


Figure III.78: Impact du taux MD/GA sur le coefficient de transfert de chaleur volumétrique (kJ/m³hK)

Le coefficient de transfert de chaleur volumétrique varie de 213,30 à 295,15 kJ/m³hK lors de l'utilisation de la GA et la MD dans l'atomisation de la poudre de soja. Il augmente progressivement avec la hausse du taux MD/GA, et la valeur maximale de 295,15 kJ/m³hK a été obtenue au taux MD/GA de 0,67 (Figure III.78).

Dans cette étude, la quantité de chaleur fournie à la chambre de séchage est constante car la température de l'air entrant est maintenue constante à 200 °C dans tous les essais. Toutefois, l'augmentation du débit d'alimentation en raison de la hausse du taux MD/GA entraîne l'augmentation de la quantité d'eau évaporée dans la chambre de séchage, car la teneur en solide de la solution d'alimentation est constante. Il en résulte que le coefficient de transfert de chaleur volumétrique augmente.

III-5.2.D. Teneur en eau de la poudre

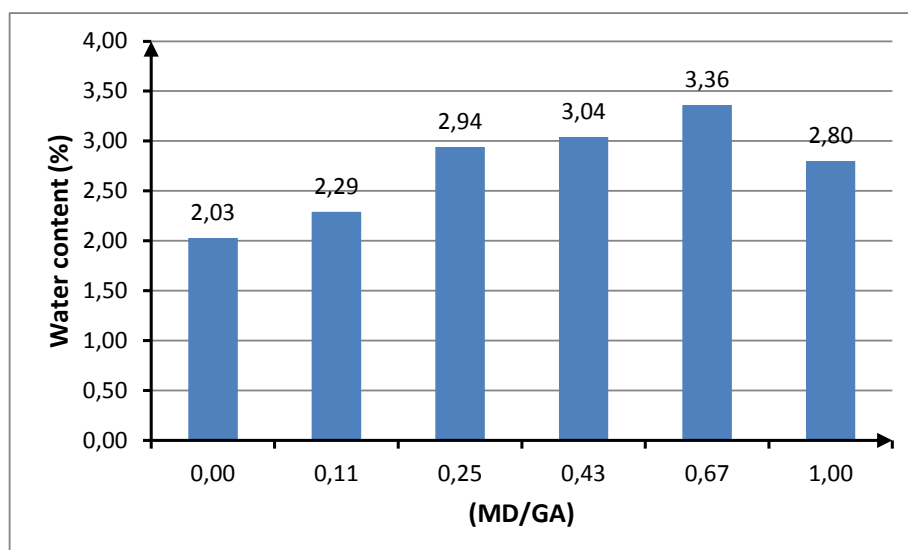


Figure III.79: Impact du taux MD/GA sur la teneur en eau de la poudre (%)

Le changement de la teneur en eau de la poudre de soja en fonction du taux MD/GA est représenté dans la figure III.79. Cette figure indique que la teneur en eau de la poudre de soja séchée par atomisation augmente avec la hausse du taux MD/GA. C'est l'augmentation du débit d'alimentation qui est responsable de cette évolution. Alors que la température de l'air entrant et la concentration de solution d'alimentation sont maintenues constantes, l'humidité de la poudre dépend étroitement

du débit d'alimentation. Plus le débit d'alimentation croît, plus l'humidité de la poudre est élevée.

Selon la figure III.79, la teneur en eau minimale de 2,03 % a été constatée lors de l'absence de la maltodextrine dans la solution d'alimentation. La valeur maximale de 3,36 % a été obtenue quand le taux MD/GA est 0,67. Néanmoins, avec cette valeur, la teneur en eau de la poudre de soja reste dans les limites de 2,5 – 5,0% qui sont idéales pour stocker les produits alimentaires en poudre (Toro-Vazquez et al., 2000).

III-5.2.E. Masse volumique apparente simple

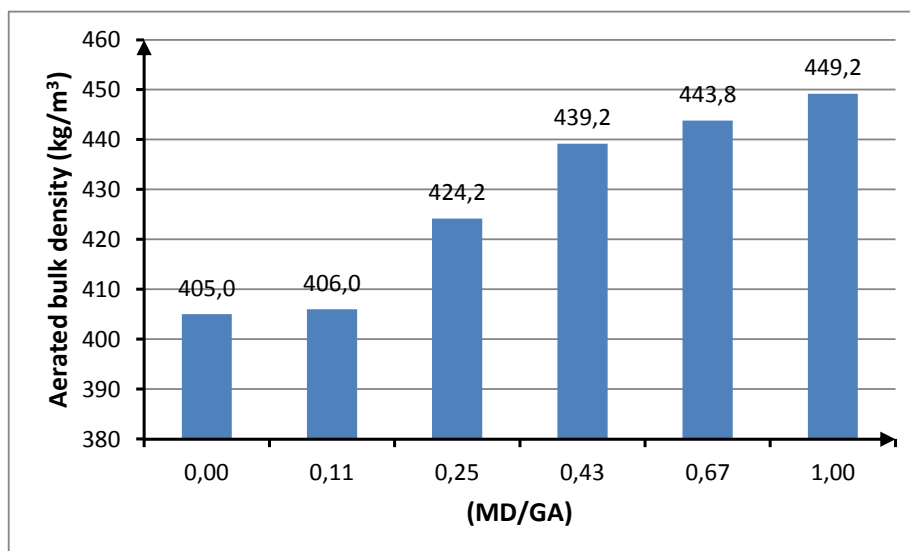


Figure III.80: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique apparente simple (kg/m³)

La masse volumique apparente simple de la poudre de soja séchée par atomisation augmente progressivement de 405,0 à 449,2 kg/m³ quand le taux MD/GA dans la solution d'alimentation augmente de 0 à 1 (Figure III.80).

L'augmentation de la teneur en MD et la diminution de la teneur en GA dans la solution qui permet de réduire la viscosité de la solution a causé une augmentation du débit d'alimentation. Cela augmente la quantité d'eau qui doit être évaporée dans la chambre de séchage, car la teneur en solide de la solution est toujours maintenue constante. La quantité de chaleur fournie à la chambre de séchage est constante dans tous les essais, par conséquent le temps d'évaporation des particules est allongé. Les particules en mouvement dans la chambre de séchage ont plus d'occasions de se fusionner lors de la collision avec les autres. Cette agglomération des particules permet d'augmenter la masse volumique apparente simple du produit fini. En plus, la présence de plus en plus de maltodextrine dans le produit fini est aussi une raison pour ce comportement.

III-5.2.F. Masse volumique tassée

La figure III.81 montre l'évolution de la masse volumique tassée de la poudre de soja en fonction du taux MD/GA dans la solution d'alimentation. Selon cette figure, la masse volumique tassée varie de 632,8 à 661,4 kg/m³, et elle croît quand le taux MD/GA augmente de 0 à 0,43. L'augmentation de la masse volumique tassée est en relation avec l'augmentation de la masse volumique apparente simple, car elle a le même comportement que la masse volumique apparente simple.

Toutefois, avec le taux MD/GA supérieur à 0,43, la masse volumique tassée a tendance à diminuer. Par exemple, la masse volumique tassée est 646,9 kg/m³ quand le taux MD/GA est 0,67 (40 % MD et 60 % GA). Cette diminution de la masse volumique tassée peut être due à la teneur en MD élevée dans le produit fini. La capacité de la maltodextrine de couvrir ou d'encapsuler n'est pas aussi bonne que la gomme arabique (Nurhadi et al., 2012). Les particules de poudre deviennent plus fragiles. La maltodextrine peut exister sous forme de poudre fine et fonctionne comme un anti-agglomérant (anti-caking agent). Cela restreint l'aptitude de la poudre de perdre une partie de son

volume en tapant.

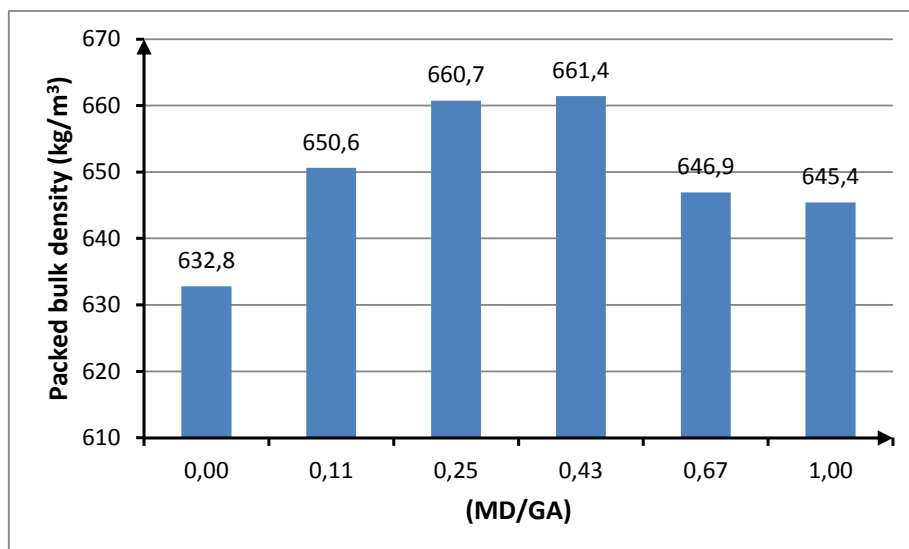


Figure III.81: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique tassée (kg/m^3)

III-5.2.G. Masse volumique intrinsèque

La valeur moyenne de la masse volumique intrinsèque de la poudre de soja dans ce cas est 1259 kg/m^3 . Quand le taux MD/GA dans la solution d'alimentation est modifié de 0 à 1, la masse volumique intrinsèque du produit fini varie de 1249 à $1265,5 \text{ kg/m}^3$. Cette variation de la masse volumique intrinsèque est négligeable (seulement 1,3 %). Néanmoins, selon la figure III.82, une légère baisse de la masse volumique intrinsèque causée par la hausse du taux MD/GA a été observée. Ce comportement peut être dû à l'impact de l'humidité de la poudre sur la masse volumique intrinsèque. Plus l'humidité de la poudre augmente, plus la masse volumique intrinsèque diminue. Une tendance similaire pour les différents produits alimentaires a également prouvée par Boukouvalas et al (2006).

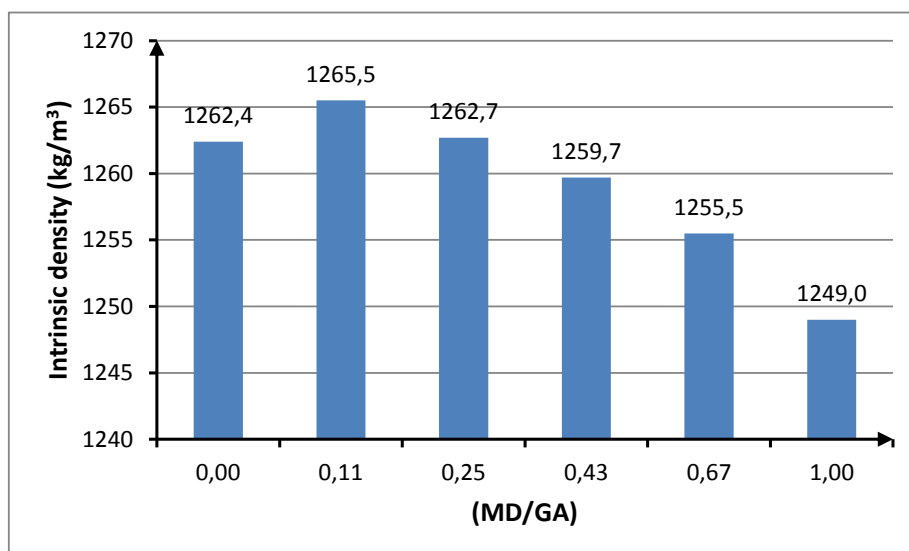


Figure III.82: Impact du taux MD/GA sur la masse volumique intrinsèque (kg/m^3)

III-5.2.H. Taux de remplissage

L'impact du taux MD/GA dans la solution d'alimentation sur le taux de remplissage de la poudre de soja séchée par atomisation est représenté dans la figure III.83. A partir de cette figure, on trouve que l'augmentation du taux MD/GA a impliqué une légère variation du taux de remplissage de la poudre de soja, d'environ 4,8 % (de 0,501 à 0,525). L'évolution du taux de remplissage suit presque le même comportement que la masse volumique tassée, parce que la variation de la masse

volumique intrinsèque en raison de la hausse du taux MD/GA est négligeable comme mentionné ci-dessus.

Le taux de remplissage joue un rôle important dans la fabrication de la poudre. Un taux de remplissage élevé permet de réduire les coûts de transport. Le taux de remplissage maximal de la poudre de soja dans cette étude est 0,525 et il a été atteint au taux MD/GA de 0,43.

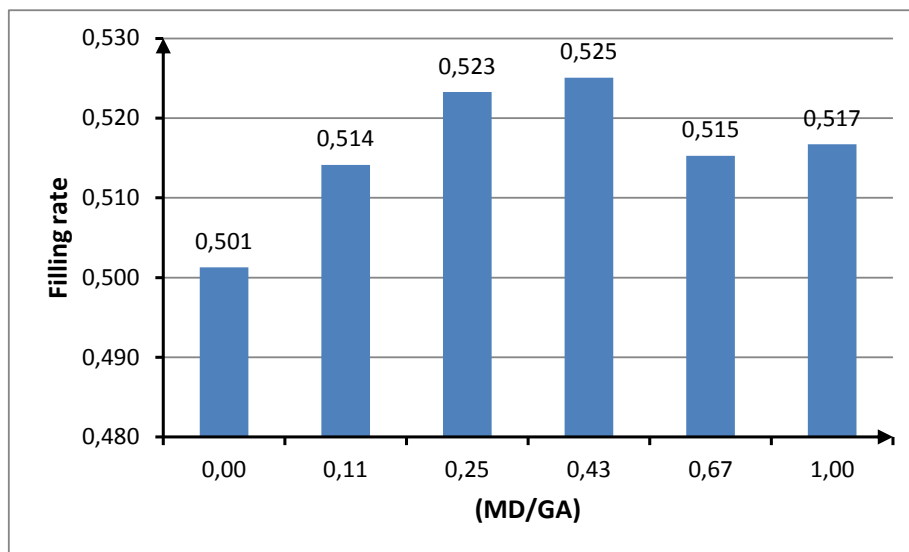


Figure III.83: Impact du taux MD/GA sur le taux de remplissage

III-5.2.I. Compressibilité

Les poudres alimentaires peuvent être compactées en tapant ou par la compression mécanique. Ces processus peuvent se produire soit involontairement en raison de la manipulation ou du transport, soit intentionnellement comme dans la fabrication des comprimés ou l'agglomération. Dans l'industrie alimentaire, la compression involontaire est normalement indésirable. Un aspect indésirable très fréquent de la compressibilité est son influence négative sur la coulabilité de la poudre. Généralement, plus la compressibilité est élevée, plus la coulabilité est pauvre (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

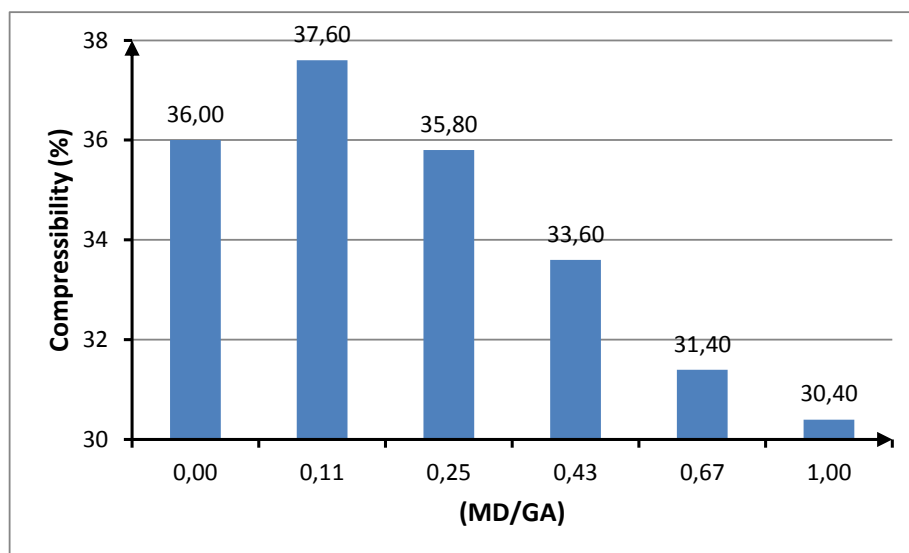


Figure III.84: Impact du taux MD/GA sur la compressibilité (%)

Dans notre étude, la hausse du taux MD/GA dans la solution d'alimentation a causé une réduction de la compressibilité de la poudre de soja séchée par atomisation, environ 19,1 % (de 37,6 % à 30,4 %) (Figure III.84). Plus la teneur en MD dans la solution est élevée, plus la compressibilité de la poudre de soja est basse. Cela montre que la maltodextrine a la capacité de réduire les forces

inter-particulaires qui sont développées par l'hygroscopicité de la poudre. Un résultat similaire donné par Nurhadi et al (2012) lors de l'atomisation de la poudre de miel a également indiqué que la maltodextrine a la capacité de réduire l'hygroscopicité de la poudre mieux que la gomme arabique.

III-5.2.J. Indice de Hausner

Afin d'évaluer la coulabilité de la poudre alimentaire, on peut utiliser l'indice de Hausner ou la compressibilité de la poudre. C'est pourquoi, l'évolution de l'indice de hausner peut être entièrement expliquée par le comportement de la compressibilité. Dans ce cas, une diminution de 10,4 % de l'indice de hausner de la poudre de soja a été observée quand le taux MD/GA augmentait de 0 à 1 (Figure III.85).

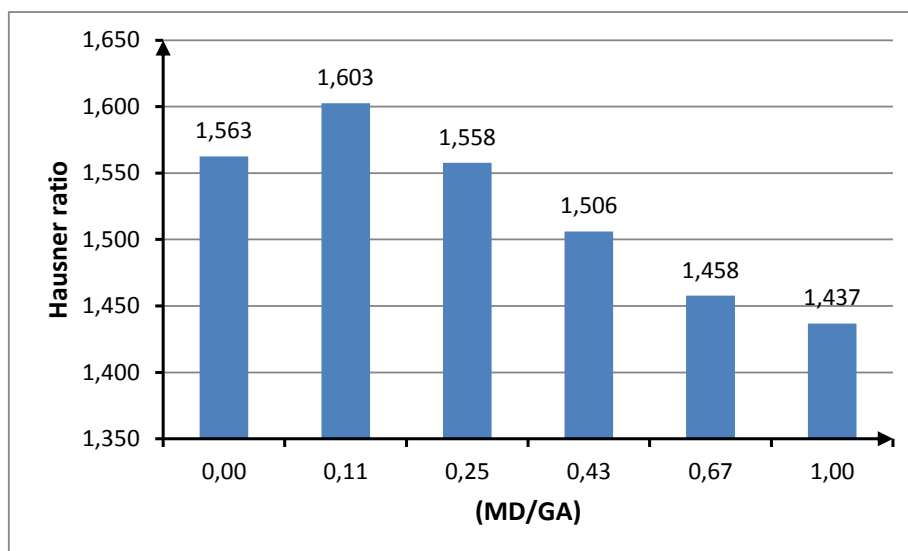


Figure III.85: Impact du taux MD/GA sur l'indice de Hausner

En général, le soja utilisé dans cette étude contenait environ 20% de matières grasses. Cette haute teneur en matières grasses a causé une très faible coulabilité de la poudre de soja. Quoique la maltodextrine et la gomme arabique aient été utilisées dans l'atomisation de la poudre de soja, l'indice de hausner dans ce cas était encore compris entre 1,437 et 1,603. Donc, la poudre de soja séchée par atomisation a encore un écoulement très difficile selon la classification de Hayes (Tableau II-9).

III-5.2.K. Porosité

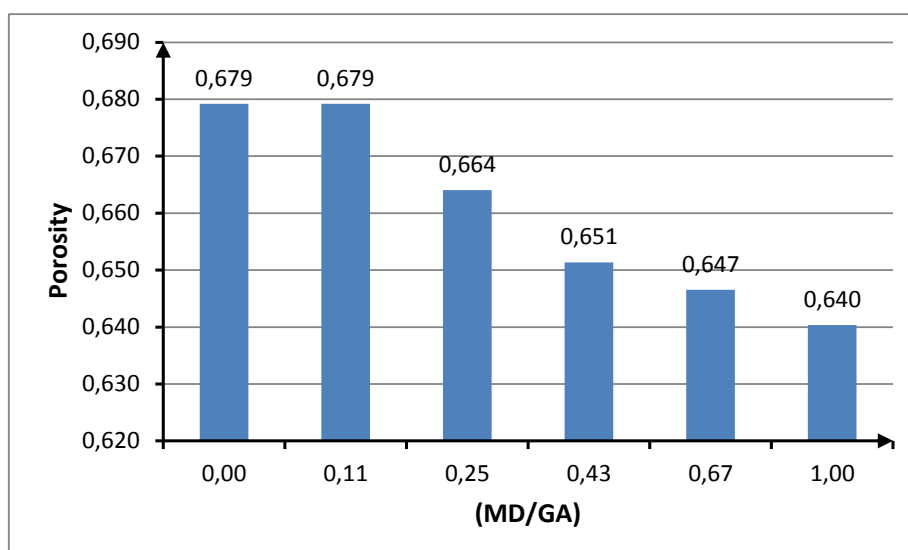


Figure III.86: Impact du taux MD/GA sur la porosité

La porosité de la poudre de soja séchée par atomisation ne change pas beaucoup, environ 5,7 % (de 0,64 à 0,679) quand on modifie le taux MD/GA dans la solution d'alimentation. Néanmoins, une légère diminution de la porosité causée par la hausse du taux MD/GA a été constatée (Figure III.86). Cette réduction de la porosité peut être due au fait que la fusion des particules en suspension dans la chambre de séchage s'est produite avec l'augmentation du débit d'alimentation. Et c'est la baisse de la viscosité de la solution en raison de la hausse du taux MD/GA qui a causé ce comportement. En plus, l'augmentation de la teneur en eau du produit fini peut augmenter la capacité d'créer les ponts liquides entre les particules dans le lit de poudre. Ces ponts liquides permettent de réduire l'espace entre les particules et il en résulte que la porosité diminue.

III-5.2.L. Volume de l'air interstitiel

Le volume de l'air interstitiel concerne la formation des cavités et des espaces entre les particules dans un lit de poudre. Il est lié à la masse volumique tassée et à la masse volumique intrinsèque, et calculé selon l'équation (2.7). En raison de la variation négligeable de la masse volumique intrinsèque comme mentionné ci-dessus, le volume de l'air interstitiel de la poudre de soja a eu un comportement contraire à la masse volumique tassée quand on augmentait le taux MD/GA dans la solution. Cela signifie que le volume de l'air interstitiel a initialement diminué quand le taux MD/GA augmentait de 0 à 0,43. Ensuite, il a eu tendance à monter avec le taux MD/GA supérieur à 0,43 (Figure III.87). Le volume de l'air interstitiel de la poudre de soja séchée par atomisation dans ce cas varie de 71,8 cm³ à 78,8 cm³. Une variation d'environ 9,7 % a été observée.

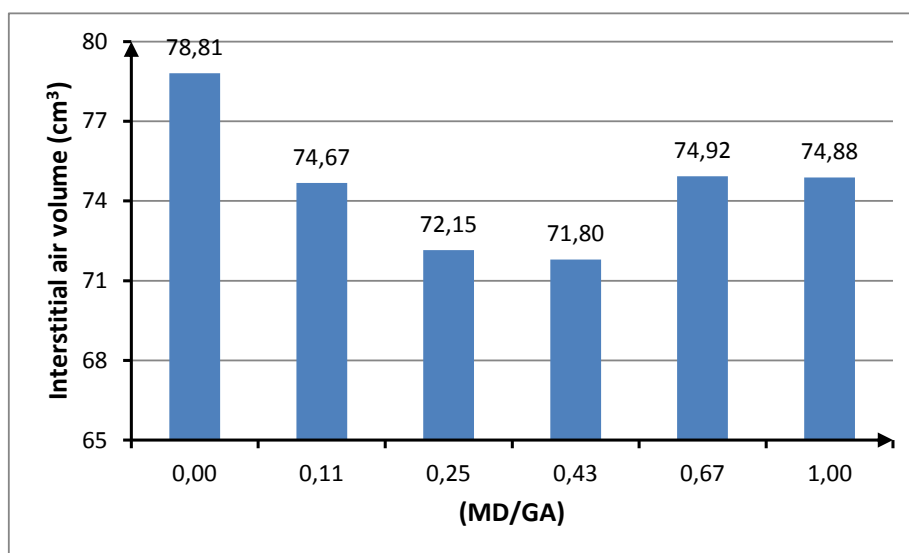


Figure III.87: Impact du taux MD/GA sur le volume de l'air interstitiel (cm³)

III-5.2.M. Indice de mouillabilité

L'indice de mouillabilité est l'une des propriétés instantanées très importantes des poudres alimentaires, car les poudres alimentaires sont normalement reconstituées pour la consommation. L'indice de mouillabilité traduit la capacité des particules de poudre d'absorber de l'eau à leur surface. Donc, la taille des particules et la nature de la surface des particules peuvent affecter la mouillabilité de la poudre. La présence de matières grasses sur la surface des particules réduit la mouillabilité (Barbosa-Cánovas et al., 2005).

Généralement, la mouillabilité de la poudre de soja est très pauvre, parce que le soja contient une teneur élevée en matières grasses (environ 20 %) et la présence des particules fines dans la poudre produite par atomisation conventionnelle est inévitable. C'est pourquoi, l'amélioration de la mouillabilité joue un rôle important dans la fabrication de la poudre de soja.

L'évolution de l'indice de mouillabilité de la poudre de soja dans cette étude est représentée dans la figure III.88. Selon cette figure, l'indice de mouillabilité diminue quand on augmente le taux MD/GA dans la solution d'alimentation. Initialement, lors de l'absence de la maltodextrine ou la

teneur en maltodextrine très basse dans la solution (le taux MD/GA égal à 0 et 0,11), l'indice de mouillabilité est assez élevé (880 s et 787 s respectivement). Toutefois, avec une teneur en maltodextrine plus élevée, l'indice de mouillabilité réduit considérablement. Et sa valeur minimale de 215 s a été obtenue au taux MD/GA égal à 0,67.

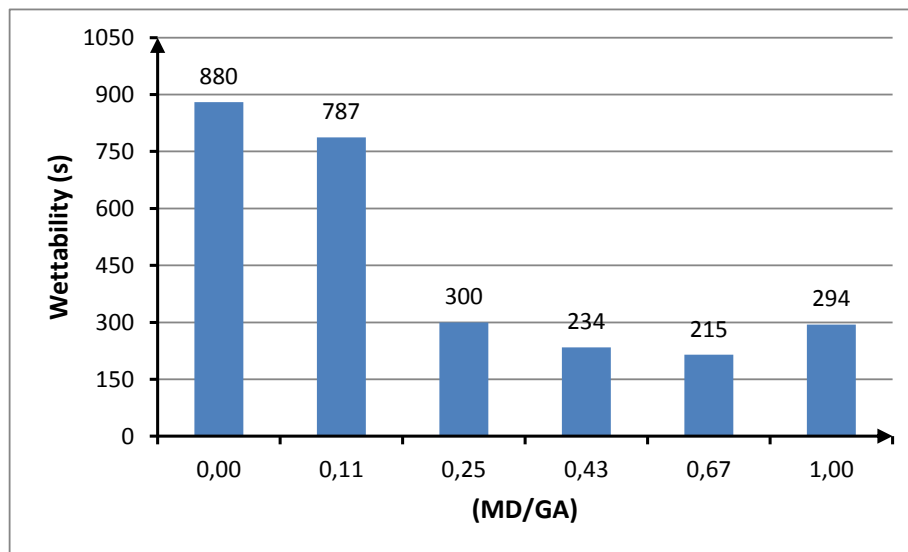


Figure III.88: Impact du taux MD/GA sur l'indice de mouillabilité (s)

Ce comportement de l'indice de mouillabilité démontre que plus la teneur en maltodextrine dans la solution d'alimentation est élevée, plus la poudre de soja est facile à mouiller. Cela est dû au fait que plus la valeur DE de la maltodextrine est élevée, plus la maltodextrine est soluble dans l'eau. Et la maltodextrine utilisée a une valeur DE élevée (DE 19) qui permet à la poudre d'introduire plus rapidement dans l'eau. Un résultat similaire a été décrit par Nurhadi et al (2012) pour le séchage par pulvérisation du miel.

III-5.2.N. Capacité de rétention d'eau

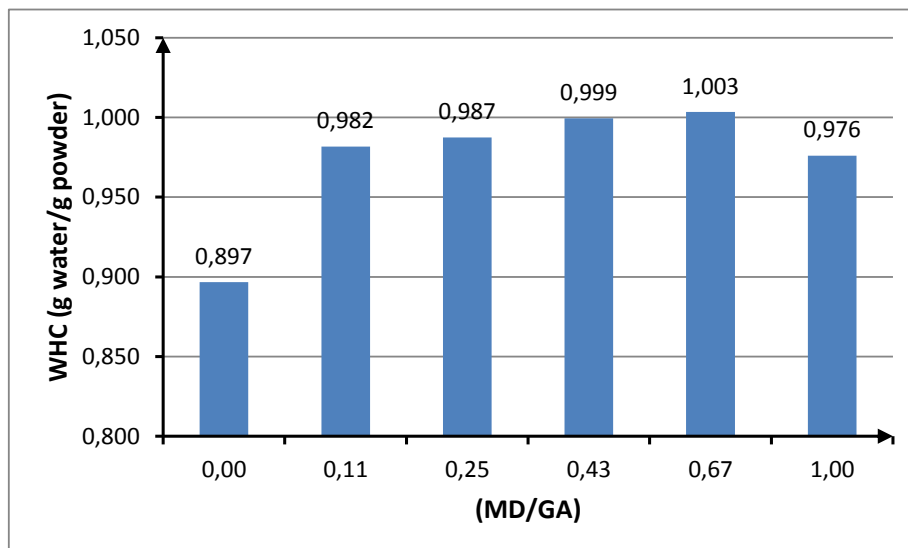


Figure III.89: Impact du taux MD/GA sur la capacité de rétention d'eau (g eaux/ g poudre)

Les produits de soja, tels que la poudre de soja, sont maintenant les ingrédients de base dans presque tous les systèmes alimentaires (Riaz, 2006). La prévalence de ces produits de soja a été vue dans la boulangerie, la viande, les boissons et les produits laitiers, etc. La capacité de rétention d'eau et d'huile de la poudre de soja joue un rôle important dans ces systèmes alimentaires. Normalement, les consommateurs ont tendance à éviter les produits qui montrent l'eau dans le paquet. En outre, une faible capacité de rétention d'eau/ d'huile peut entraîner une perte de liquide

au cours du traitement (cuisson, congélation, etc.) (Barbut, 1996).

La capacité de rétention d'eau de la poudre de soja séchée par atomisation dans cette étude varie de 0,897 à 1,003 g eau/ g poudre. Avec un taux MD/GA de 0,67, la capacité de rétention d'eau a atteint la valeur maximale de 1,003 g eau/g poudre (Figure III.89). En comparaison avec le cas de l'absence de la maltodextrine dans la solution (le taux MD/GA = 0), la capacité de rétention d'eau a augmenté d'environ 11,8%. Toutefois, avec la présence de la maltodextrine dans la solution d'alimentation, la variation de la capacité de rétention d'eau de la poudre de soja est négligeable. Une légère augmentation de la WHC en raison de la hausse du taux MD/GA a été constatée.

La gomme arabique est très soluble dans l'eau froide pour donner une solution claire (Phillips and Williams, 2000). Il est probable qu'elle a été facilement décantée avec le surnageant au cours de la mesure de la capacité de rétention d'eau. Cela implique une capacité de rétention d'eau plus basse de la poudre. En plus, l'adhésion des particules dans la chambre de séchage à cause de la hausse du taux MD/GA a formé des particules plus grosses dans le produit fini. Les plus grosses particules ont une capacité de rétention d'eau plus élevée par rapport aux plus petites particules, en raison de leur plus grande capacité à retenir l'eau à l'intérieur de la matrice de la paroi cellulaire (Cadden, 1987 ; Sharma et al., 2013). C'est pourquoi, la capacité de rétention d'eau de la poudre de soja augmente légèrement avec la hausse du taux MD/GA.

III-5.2.0. Capacité de rétention d'huile

Une autre propriété importante des ingrédients alimentaires est la capacité de rétention d'huile (OHC). Dans cette étude, quand on augmente le taux MD/GA dans la solution d'alimentation, la capacité de rétention d'huile de la poudre de soja augmente progressivement de 1,291 à 1,533 g huile/ g poudre. C'est à dire une augmentation d'environ 18,7 %. La valeur maximale de la OHC de 1,533 g huile/ g poudre a été obtenue au taux MD/GA de 0,67 (Figure III.90).

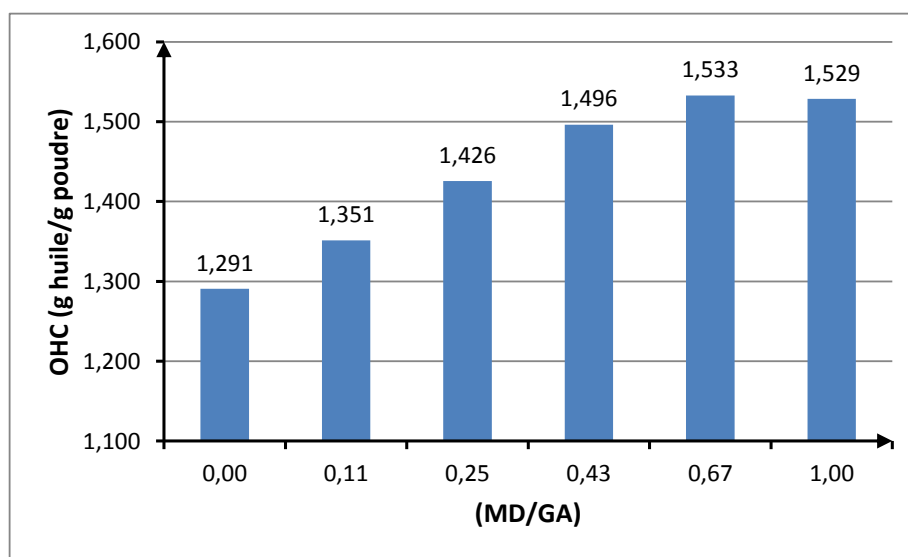


Figure III.90: Impact du taux MD/GA sur la capacité de rétention d'huile (g huile/ g poudre)

L'augmentation de la capacité de rétention d'huile peut être due à la hausse de la teneur en maltodextrine et à la diminution de la teneur en gomme arabique dans le produit fini. La gomme arabique est insoluble dans l'huile et dans la plupart des solvants organiques (Saleh and Bala, 2010). Donc, la présence plus nombreuse de la gomme arabique sur la surface des particules empêche l'huile de pénétrer à l'intérieur de la particule. En plus, la gomme arabique possède les excellentes propriétés d'émulsification et de formation de film. La gomme arabique a été prouvée que sa capacité de couverture et d'encapsulation est meilleure que celle de la maltodextrine (Gharsallaoui et al., 2007). Cela permet de réduire la perte des acides gras volatiles du soja au cours du séchage par atomisation. La teneur en huile élevée restante dans la poudre de soja restreint les particules d'absorber davantage l'huile. Il en résulte que la capacité de rétention d'huile diminue avec

l'augmentation de la teneur en gomme arabique. Alors que la maltodextrine est un additif alimentaire très utilisé pour absorber et épaissir les matières grasses dans les systèmes alimentaires (Kearsley and Dziedzic, 1995). C'est pourquoi, l'augmentation de la teneur en maltodextrine dans le produit fini peut également entraîner une augmentation de la capacité de rétention d'huile de la poudre de soja.

III-5.2.P. Diamètre moyen surface-volume de la poudre

La valeur moyenne du diamètre de la poudre de soja dans ce cas est 203,6 μm . L'évolution du diamètre moyen surface-volume de la poudre en fonction du taux MD/GA est représentée dans la figure III.91. Selon cette figure, le diamètre moyen de la poudre augmente initialement de 180,52 μm à 219,79 μm quand le taux MD/GA augmente de 0 à 0,43. Cette augmentation est due à l'agglomération des particules en suspension dans la chambre de séchage quand le débit d'alimentation est augmenté. Et c'est la réduction de la viscosité de la solution causée par la hausse du taux MD/GA qui est responsable de ce comportement.

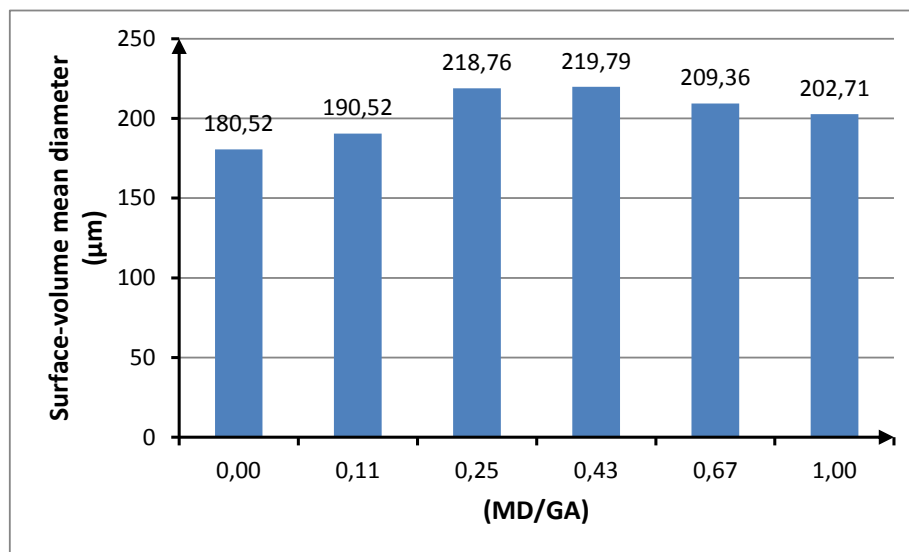


Figure III.91: Impact du taux MD/GA sur le diamètre moyen surface-volume (μm)

Néanmoins, le diamètre moyen a tendance à diminuer légèrement avec le taux MD/GA supérieur à 0,43. Comme mentionné ci-dessus, avec une teneur en maltodextrine plus élevée dans la solution, la capacité de couvrir et d'encapsuler le soja est limitée. Les particules de poudre après le séchage par atomisation deviennent plus fragiles. La fragmentation de ces particules fragiles peut se produire au cours de la manipulation (la récupération et l'emballage du produit fini, le tamisage pour l'analyse de la granulométrie). La présence des particules plus fines dans le produit fini implique une légère diminution du diamètre moyen de la poudre.

III-5.2.Q. Analyse de la sédimentation

La sédimentation est la déposition d'une particule, ou une suspension de particules dans un fluide en raison de l'effet d'une force externe telle que la gravité, la force centrifuge. La sédimentation reflète non seulement des informations sur la stabilité de la dispersion, mais aussi sur les propriétés des particules en termes d'interaction hydrodynamique, de déformabilité, et d'interaction entre les particules (Lerche, 2002 ; Concha, 2009).

Dans cette étude, outre six échantillons de poudre de soja atomisée, un échantillon de poudre de soja broyée (Contrôle) a également été analysé pour comparer avec les autres échantillons. Les résultats d'analyse sont représentés dans le tableau III-17 et la figure III.92.

Ces résultats montrent que le taux MD/GA a une influence négligeable sur la sédimentation de la poudre de soja atomisée. Cependant, il y a une différence claire entre la poudre atomisée et la poudre broyée. La valeur moyenne du volume de sédimentation de la poudre atomisée après 60

minutes est 2,2 ml par 20 ml d'eau distillée, tandis que celle de la poudre broyée est 3,3 ml. Cela démontre que la dispersibilité et la solubilité dans l'eau de la poudre atomisée sont meilleures que celles de la poudre broyée. Au regard de la vitesse de sédimentation, tous les échantillons ont présenté la sédimentation la plus rapide pendant 20 minutes initiales. La sédimentation de la poudre broyée avait lieu plus rapidement que celle de la poudre atomisée. Après 5 minutes, le volume de sédimentation de la poudre broyée est 2 ml tandis qu'il est seulement environ 0,5 ml pour la poudre atomisée. À partir de 20 minutes, la sédimentation de la poudre de soja avait lieu plus lentement. Le changement du volume de sédimentation dans cette époque est très difficile à distinguer visuellement.

Tableau III-17 : Volume de sédimentation de la poudre de soja (ml)

MD/GA	5 min	10 min	15 min	20 min	30 min	40 min	50 min	60 min
0,00	0,6	0,9	1,5	1,9	2	2,1	2,2	2,3
0,11	0,5	0,8	1,4	1,6	1,9	2	2,1	2,1
0,25	0,5	0,7	1,4	1,7	2	2,2	2,3	2,4
0,43	0,6	0,9	1,5	1,7	1,9	2	2,1	2,1
0,67	0,5	1	1,5	1,8	2	2,1	2,15	2,2
1,00	0,5	0,8	1,4	1,7	2	2,1	2,2	2,3
Contrôle	2	2,3	2,6	2,9	3	3,1	3,2	3,3

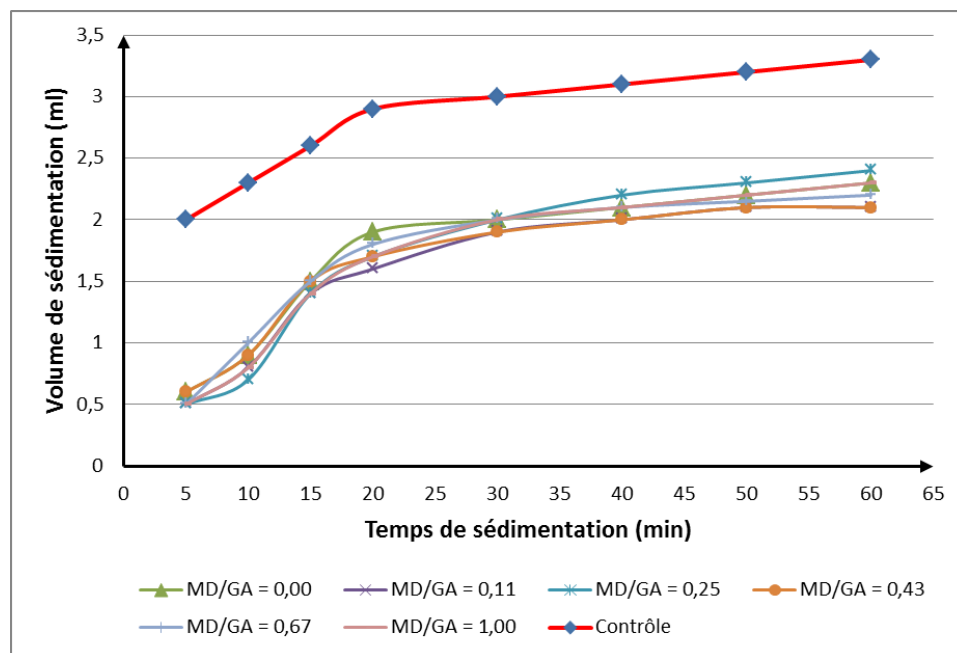


Figure III.92 : Impact du taux MD/GA sur le volume de sédimentation (ml)

La sédimentation par gravité dépend beaucoup de la forme et la taille des particules, de la distribution de taille des particules, de la concentration en solide dans la solution, de la différence entre la masse volumique du solide et du liquide, des caractéristiques superficielles des solides et de la viscosité du liquide (Blazy et al., 1999). La sédimentation plus rapide de la poudre broyée est due à la structure compacte de la particule. En plus, le liquide devient plus visqueux à cause de la présence de la gomme arabique et de la maltodextrine dans la poudre atomisée. Cela permet aux particules de se déposer plus lentement que la poudre broyée.

III-5.3. CONCLUSION

La gomme arabique et la maltodextrine ont été utilisées dans le procédé de séchage par atomisation de la poudre de soja en tant que les adjuvants du séchage. Les impacts du taux MD/GA sur les propriétés de la poudre de soja, le coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans la chambre de séchage, ainsi que les autres conditions opératoires de l'atomiseur ont été examinés. Les résultats d'analyse montrent qu'une hausse du taux MD/GA dans la solution d'alimentation a impliqué à la fois une augmentation du débit d'alimentation, du coefficient de transfert de chaleur volumétrique, de la teneur en eau, de la masse volumique apparente simple, la capacité de rétention d'eau et d'huile de la poudre de soja, et une diminution de la température de l'air sortant, de la masse volumique intrinsèque, de la compressibilité, de l'indice de hausner, de la porosité et de l'indice de mouillabilité de la poudre. Tandis qu'une augmentation ou diminution contrôlée de la masse volumique tassée, du taux de remplissage, du volume de l'air interstitiel et du diamètre moyen surface-volume de la poudre a été constatée. L'analyse de la sédimentation indique que la stabilité de dispersion et la solubilité de la poudre de soja atomisée sont meilleures que la poudre broyée. Toutefois, la sédimentation de la poudre de soja atomisée n'a presque pas été influencée par la modification du taux MD/GA dans la solution d'alimentation.

La détermination d'un taux MD/GA qui satisfait simultanément à tous les objectifs est très difficile et elle ne peut presque pas réaliser dans la réalité à cause du conflit entre les objectifs. Néanmoins, un taux MD/GA approprié à quelques objectifs de priorité peut être obtenu. Dans ce travail, afin d'accroître le rendement, d'intensifier l'efficacité de transfert de chaleur dans le chambre de séchage et d'améliorer quelques propriétés de la poudre de soja telles que la capacité de rétention d'eau, l'indice de mouillabilité, l'indice de hausner et la capacité de rétention d'huile, le meilleur taux MD/GA obtenu est 0,67.

PARTIE IV.

CONCLUSION ET PERSPECTIVES

CHAPITRE IV-1.

CONCLUSION

Dans le contexte de problématiques actuelles liées au procédé de fabrication et à la qualité de la poudre alimentaire, cette thèse s'est concentrée sur l'étude comparative expérimentale des opérations d'atomisation et d'autovaporisation (la détente instantanée contrôlée DIC), application à la Gomme Arabique et au Soja. Les questions posées en vue d'exprimer les objectifs de cette thèse ont été clarifiées. Les résultats obtenus nous permettent de tirer les conclusions générales suivantes:

1. L'application d'une étape de restructuration par DIC dans la fabrication de la poudre de gomme arabique et du soja nous permet à la fois de contrôler et d'améliorer les propriétés de la poudre, et de réduire significativement la durée de séchage et la consommation d'énergie.
2. En comparaison avec la poudre séchée par atomisation conventionnelle, la poudre obtenue après une étape de traitement DIC a été significativement améliorée sur quelques propriétés instantanées telles que l'indice de mouillabilité et la capacité de rétention d'eau de la poudre. En plus, ses propriétés étudiées restantes ressemblent presque aux propriétés de la poudre séchée par atomisation. Cela permet d'utiliser le procédé de la détente instantanée contrôlée (DIC) pour remplacer la méthode de séchage par atomisation dans la fabrication de la poudre alimentaire.
3. Au sujet des paramètres opératoires du traitement DIC, les impacts de deux paramètres opératoires du traitement DIC (la pression et le temps de traitement) ont été analysés. Et la pression de vapeur est le facteur le plus important influant sur les propriétés de la poudre de soja et de gomme arabique. Les paramètres opératoires optimaux du traitement DIC dans la fabrication de la poudre de gomme arabique et de soja qui peuvent être obtenus par l'optimisation selon des critères donnés ont été également abordés dans cette étude.
4. Un matériau de paroi pour la technologie d'encapsulation qui est constitué de gomme arabique et de maltodextrine a été fabriqué par atomisation dans ce travail. L'effet de la température de l'air entrant et du taux MD/GA a été examiné. La température de l'air entrant a une influence plus forte sur les propriétés du produit, tandis que le taux MD/GA influe plus nettement sur le débit d'alimentation. Deux paramètres opératoires optimaux de l'atomiseur proposés dans cette étude sont le taux MD/GA = 0,615 et la température $T_e = 258\text{ }^{\circ}\text{C}$.
5. Dans la fabrication de la poudre de soja par atomisation, le phénomène de collision et d'agglomération des particules en suspension dans la chambre de séchage a une grande influence sur les propriétés du produit fini. Le réglage de la concentration de solution d'alimentation et de la température de l'air entrant de l'atomiseur nous a permis de contrôler la qualité de la poudre de soja ainsi que l'efficacité de transferts de chaleur dans la chambre de séchage. L'analyse de l'impact de ces deux paramètres a été aussi réalisée. La concentration optimale et la température de séchage optimale sont respectivement 25 % et $200\text{ }^{\circ}\text{C}$.
6. Grâce à l'utilisation de l'additif MD/GA dans le séchage par atomisation, la plupart des propriétés étudiées de la poudre de soja ont été augmentées en comparaison avec le cas d'absence de l'additif MD/GA, sauf que le volume de l'air interstitiel et la capacité de rétention d'huile ont été diminués, et la porosité de la poudre était presque constante.
7. La modification du taux MD/GA dans la solution d'alimentation a eu des impacts clairs sur les propriétés de la poudre de soja séchée par atomisation, ainsi que le coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans la chambre de séchage. Ces impacts ont été analysés de façon détaillée pour trouver un taux MD/GA approprié. Et le taux MD/GA de 0,67 peut être considéré comme le taux le plus approprié pour produire la poudre de soja selon les critères donnés dans cette étude (le rendement de séchage, l'efficacité de transfert de chaleur, la capacité de rétention d'eau et d'huile, l'indice de mouillabilité et l'indice de Hausner).

8. Enfin, bien que les résultats obtenus dans cette thèse puissent seulement s'appliquer dans le cas de gomme arabique et de soja, la méthode d'approche et de résolution des problématiques rencontrées dans la fabrication des poudres alimentaires en général a été concrètement dressée et peut être appliquée aux autres produits alimentaires.

CHAPITRE IV-2.

PERSPECTIVES

Les problématiques et les opportunités de recherche liées au procédé de fabrication et à la qualité de la poudre alimentaire en général ont été présentées de façon détaillée dans le chapitre I-2. La résolution de ces problèmes exige beaucoup de temps et d'effort. Ce sont des défis énormes à relever pour tous les scientifiques et les chercheurs intéressés par ce domaine. Dans le cadre de cette thèse, les résultats obtenus nous ont permis de poser les fondements d'une méthode d'approche et de résolution des problématiques rencontrées dans la fabrication des poudres alimentaires en général. Avec les premiers résultats obtenus, nous proposons et espérons également avoir la chance de continuer à réaliser les études suivantes:

1. Au regard de la capacité d'application du traitement DIC: le traitement DIC s'est montré efficace pour contrôler et améliorer la qualité de la poudre de gomme arabique et de soja. Donc, il faudrait étendre le champ d'application du traitement DIC dans la fabrication de plusieurs autres types de poudres alimentaires.
2. Au sujet des méthodes de production des poudres alimentaires: chaque méthode de production des poudres alimentaires possède ses avantages et ses inconvénients, et peut être plus appropriée aux besoins de certains utilisateurs. Les études comparatives avec les autres méthodes de production des poudres telles que le séchage par lyophilisation (freeze drying) et le séchage sur cylindres sont nécessaires.
3. En ce qui concerne la caractérisation des poudres alimentaires: Ce travail a effectué la caractérisation des poudres aux divers plans physique, structurel – textural, fonctionnel et technologique. Néanmoins, les modifications chimiques et la qualité nutritive du produit fini devraient être également examinées.
4. En ce qui concerne les conditions opératoires du traitement DIC: outre la pression et le temps de traitement DIC qui ont été examinés dans cette étude, la taille et la forme des matières premières ainsi que la quantité de matières premières dans la chambre de traitement peuvent aussi affecter l'efficacité du traitement DIC et les propriétés du produit fini.
5. En ce qui concerne les conditions opératoires de l'atomiseur (spray dryer): continuer à étudier les impacts des autres paramètres opératoires tels que le débit de l'air chaud, la pression de l'air comprimé, la température de la solution d'alimentation, etc. Étudier les impacts des conditions opératoires ainsi que de l'utilisation des adjuvants de séchage MD/GA sur le phénomène d'adhésion spontanée entre les particules/particules et les particules avec les parois de la chambre de séchage. C'est le phénomène qui se produit très souvent pour les poudres alimentaires et qui a une grande influence sur la qualité du produit fini. Contrôler et améliorer la qualité des poudres alimentaires ainsi que l'efficacité de transfert de chaleur et de masse dans l'atomiseur en appliquant et développant les logiciels informatiques, par exemple le CFD (Computational fluid dynamics) pour modéliser et simuler le processus de séchage des particules en suspension dans l'atomiseur.
6. En ce qui concerne la technologie de microencapsulation: un matériau de paroi pour la technologie de microencapsulation a été fabriqué. Toutefois, cette étude a seulement abordé les impacts en termes de fonctionnement de l'atomiseur et quelques propriétés fondamentales de la poudre. En tant qu'un matériau d'encapsulation, il y a encore beaucoup de recherches que nous espérons pouvoir effectuer dans les projets futurs, par exemple les propriétés émulsifiantes et filmogènes de ce matériau de paroi, l'efficacité d'encapsulation et la stabilité des microcapsules, l'application de l'atomisation et le matériau de paroi obtenu dans cette étude pour encapsuler les huiles essentielles et les arômes, etc.
7. Enfin, il serait important d'exploiter les résultats obtenus au laboratoire pour passer à l'échelle industrielle. Il faudrait compléter l'étude, par une étude économique du coût d'une telle opération, de la consommation énergétique et de l'impact environnemental.

PARTIE V.

NOMENCLATURE

Nomenclature	Description	Unité
A	Aire	m ²
C	Concentration de la solution d'alimentation	%
C_{opt}	Concentration optimale de la solution d'alimentation	%
C_s	Capacité thermique du solide sec	kJ/kg K
C_w	Capacité thermique de l'humidité sous forme liquide	kJ/kg K
C_{pa}	Capacité thermique de l'air sec	kJ/kg K
C_{pv}	Capacité thermique de la vapeur d'eau	kJ/kg K
C_{pw}	Capacité thermique de l'eau	kJ/kg K
C_{p1}	Capacité thermique de la matière première	kJ/kg K
C_{p2}	Capacité thermique du produit sec	kJ/kg K
DE	Dextrose équivalente	
d_{sv}	Diamètre moyen surface-volume de la poudre	µm
G_a	Débit de l'air	kg/h
GA	Gomme arabique	
G_{p1}	Débit d'entrée du produit	kg/h
G_{p2}	Débit de sortie du produit	kg/h
H	Enthalpie	kJ/kg
H_{a1}	Enthalpie de l'air entrant	kJ/kg
H_{a2}	Enthalpie de l'air sortant	kJ/kg
h_c	Coefficient de transfert de chaleur par convection	kJ/m ² hK
h_v	Coefficient de transfert de chaleur volumétrique	kJ/m ³ hK
IM	Indice de mouillabilité	s
MD	Maltodextrine	
OHC	Capacité de rétention d'huile	g/g
p	Pression de vapeur	Pa
p_s	Pression de saturation de la vapeur d'eau de l'air humide	bar
Q	Quantité de chaleur reçue par le produit de séchage	kJ/h
Q_p	Perte de chaleur	kJ/h
Q_{evp}	Chaleur nécessaire à l'évaporation de l'eau	kJ/h
Q_{poudre}	Chaleur nécessaire pour le chauffage de la poudre	kJ/h
T	Température	°C
T_{a1}, T_e	Température de l'air entrant	°C

Nomenclature	Description	Unité
T_{a2}, T_s	Température de l'air sortant	°C
T_{p1}	Température de la solution d'alimentation	°C
T_{p2}	Température du produit sec	°C
T_{sat}	Température de saturation adiabatique	°C
T_h	Température humide de l'air	°C
T_o	Température ambiante	°C
T_{opt}	Température optimale de l'air entrant	°C
t	Temps de traitement DIC	s
V_{ai}	Volume de l'air interstitiel	cm ³
V_{p1}	Débit volumique d'alimentation	g/ml
V_{ol}	Volume de la chambre de séchage	m ³
W	Quantité d'eau évaporée	kg/h
WHC	Capacité de rétention d'eau	g/g
w_{p1}	Teneur en eau en base humide de la matière première	%
w_{p2}	Teneur en eau en base humide du produit sec	%
w_s	Teneur en eau en base sèche	%
x	Humidité absolue de l'air	kg/kg
x_o	Humidité absolue de l'ambiance	kg/kg
x_1	Humidité absolue de l'air entrant	kg/kg
x_2	Humidité absolue de l'air sortant	kg/kg
ΔT	Différence de température	K
ΔT_{log}	Différence de température moyenne logarithmique	K
ϕ_o	Humidité relative de l'ambiance	%
ρ_a	Masse volumique apparente simple	kg/m ³
ρ_p	Masse volumique tassée	kg/m ³
ρ_{int}	Masse volumique intrinsèque	kg/m ³
ρ_{p1}	Masse volumique de la solution d'alimentation	g/ml
ε	Porosité de la poudre	
λ	Chaleur latente de vaporisation de l'eau	kJ/kg
η	Efficacité thermique globale de l'atomiseur	%
η_{evap}	Efficacité évaporatoire de l'atomiseur	%
η_{max}	Efficacité thermique maximale de l'atomiseur	%

PARTIE VI. RÉFÉRENCES

- Al-Assaf, S., Phillips, G.O., Williams, P.A., 2005a. Studies on acacia exudate gums. Part I: the molecular weight of Acacia senegal gum exudate. *Food Hydrocolloids* 19, 647–660.
- Al-Assaf, S., Phillips, G.O., Williams, P.A., 2005b. Studies on Acacia exudate gums: part II. Molecular weight comparison of the Vulgares and Gummiferae series of Acacia gums. *Food Hydrocolloids* 19, 661–667.
- Al Haddad, M., 2007. Contribution théorique et modélisation des phénomènes instantanés dans les opérations d'autovaporisation et de déshydratation (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, France.
- Alam, A., Shove, G.C., 1973. Hygroscopicity and thermal properties of soybeans. *Transactions of ASAE* 16, 707.
- Allaf, K., 1988. Approche à l'analyse fondamentale de l'expansion par alvéolation selon différents procédés (puffing, cuisson extrusion...), DTAI / Université de Technologie de Compiègne. Compiègne-France.
- Allaf, K., 1989. Contribution à l'analyse des processus d'expansion des polymères biologiques ; Implication de l'instantanéité dans l'apport énergétique et le maintien du niveau isentropique total. Application au cas de la cuisson extrusion. Compiègne-France.
- Allaf, K., 2002. Analyse de l'instantanéité dans les Processus Thermodynamiques ; Lois Fondamentales de la Thermodynamique de l'instantanéité. Presented at the 1er Symposium Franco- Libanais sur les technologies et études en Génie des Procédés et Biochimie, Beyrouth.
- Allaf, K., et al, 1993. Procédé de traitement de produits biologiques en vue de la modification de leur texture, installations pour la mise en oeuvre d'un tel procédé et produits ainsi réalisés [Brevet] : Brevet n° 9309720 du 6 août 1993. Extension internationale n° PCT/FR94/00975.
- Allaf, K., et al, 1998. Procédé De Traitement Thermique, Thermo-Mécanique, Hydro-Thermique Et Hydro Thermo-Mécanique De Produits Divers Solides Ou Pulvérulents, Pâteux, Liquides Ou Mélange De Liquides, Applications De Ce Procédé Et Installation Pour La Mise En Oeuvre De Ce Procédé [Brevet] : Brevet Français Issu De La Demande N° FR 98/11106 Du 04/09/98 Sous Priorité De La Demande Française N° 98/02032 Du 19/02/98 Publiée Le 20 Août 1999 Sous Le N° 2 774 911. Demande PCT FR99/00369 Du 18 Février 1999.
- Allaf, K., Louka, N., Parent, F., Bouvier, J.M., Forget, M., 1995. Method for processing phytogenic materials to change their texture, apparatus therefor, and resulting materials. Patent WO6504466(A1).
- Allaf, K., Mounir, S., Allaf, T., 2012. Swell-drying : séchage et texturation par DIC des végétaux. Techniques de l'ingénieur Opérations unitaires du génie industriel alimentaire.
- Allaf, K., Vidal, P., 1988. Feasibility study of a new process of swell-drying by instant decompression toward vacuum of in pieces vegetables in view of a rapid re-hydration. Gradient activity plotting University of Technology of Compiègne UTC N° CR/89/103.
- Apintanapong, M., Noomhorm, A., 2003. The use of spray drying to microencapsulate 2-acetyl-1-pyrroline, a major flavour component of aromatic rice. *International journal of food science & technology* 38, 95–102.
- APV, 2000. APV dryer handbook. APV Separations Product Group, APV Limited, United Kingdom.

- Ashgriz, N., 2011. *Handbook of Atomization and Sprays - Theory and Applications*. Springer, New York Dordrecht Heidelberg London.
- Barać, M.B., Stanojević, S.P., Jovanović, S.T., Pe\vsic, M.B., 2004. Soy protein modification: A review. *Acta periodica technologica* 3–16.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Vega-Mercado, H., 1996. *Dehydration of Foods*. Chapman & Hall, New York.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Juliano, P., 2005. Physical and Chemical Properties of Food Powders, in: Onwulata, C. (Ed.), *Encapsulated and Powdered Foods*. CRC Press, Taylor & Francis Group, New York, pp. 39–71.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Malave-Lopez, J., Peleg, M., 1987. Density and compressibility of selected food powders mixtures. *Journal of Food Process Engineering* 10, 1–19.
- Barbosa-Cánovas, G.V., Ortega-Rivas, E., Juliano, P., Yan, H., 2005. *Food Powders: Physical Properties, Processing, and Functionality*. Kluwer Academic/Plenum Publishers, New York.
- Barbut, S., 1996. Determining water and fat Holding, in: Hall, G.M. (Ed.), *Methods of Testing Protein Functionality*. Blackie Academic & Professional, an imprint of Chapman & Hall, London.
- Benabdeljelil, K., 1999. *Le soja graine entière*. American Soybean Association. Bruxelles, Belgique.
- Bhandari, B.R., Hartel, R.W., 2005. Phase transitions during food powder production and powder stability, in: Onwulata, C. (Ed.), *Encapsulated and Powdered Foods*. CRC Press, Taylor & Francis Group, New York, pp. 261–292.
- Bimbenet, J.J., Bonazzi, C., Dumoulin, E., 2002. Drying of foodstuffs, in: *Proceeding of the 13th International Drying Symposium*. Beijing, P.R. China, pp. 64–80.
- Blanquart, B., Crétinon, B., 2007. *Air humide - Notions de base et mesures*. Techniques de l'ingénieur Thermodynamique. Énergétique.
- Blazy, P., JDID, E.-A., Bersillon, J.-L., 1999. *Décantation - Aspects théoriques*. Techniques de l'Ingénieur , traité Génie des procédés.
- Boukouvalas, C.J., Krokida, M.K., Maroulis, Z.B., Marinos-Kouris, D., 2006. Effect of Material Moisture Content and Temperature on the True Density of Foods. *International Journal of Food Properties* 9, 109–125.
- Box, G.E.P., Hunter, J.S., 1957. Multi-Factor Experimental Designs for Exploring Response Surfaces. *Ann. Math. Statist.* 28, 195–241.
- Box, G.E.P., Hunter, W.G., Hunter, J.S., 1978. *Statistics for Experimenters: An Introduction to Design, Data Analysis, and Model Building*. John Wiley & Sons.
- Box, G.E.P., Wilson, K.B., 1951. On the experimental attainment of optimum conditions. *Journal of the Royal Statistical Society. Series B (Methodological)* 13, 1–45.
- Brazel, C.S., 1999. Microencapsulation : Offering solutions for the food industry. *Cereal foods world* 44, 388–393.
- Bylund, G., 2003. *Dairy processing handbook*. Tetra Pak Processing Systems AB, Sweden.
- Cadden, A.-M., 1987. Comparative Effects of Particle Size Reduction on Physical Structure and Water Binding Properties of Several Plant Fibers. *Journal of Food Science* 52, 1595–1599.
- Carr, R.L., 1965. Evaluating flow properties of solids. *Chem Eng* 72, 163–168.
- Concha, F., 2009. Settling velocities of particulate systems. *Kona Powder and Particle Journal* 27, 18–37.

- Damodaran, S., Paraf, A., 1997. *Food Proteins and Their Applications*. Marcel Dekker, New York.
- Daud, W.R.W., 2006. Drum dryers, in: *Handbook of Industrial Drying*, Third Edition. Taylor & Francis Group, LLC, New York.
- Debs-Louka, E., 2000. Destruction des microorganismes par voie thermomécanique contrôlée dans des produits solides en morceaux ou en poudre. Application aux épices et aromates (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Delgado-Rosas, M., 2002. Analyse et conception d'un réacteur à pulvérisation contrôlée sous vide (VCS). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Dhanalakshmi, K., Ghosal, S., Bhattacharya, S., 2011. Agglomeration of Food Powder and Applications. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition* 51, 432–441.
- Dickinson, D.R., Marshall, W.R., 1968. The rates of evaporation of sprays. *AIChE Journal* 14, 541–552.
- Drusch, S., 2007. Sugar beet pectin: A novel emulsifying wall component for microencapsulation of lipophilic food ingredients by spray-drying. *Food Hydrocolloids* 21, 1223–1228.
- FAO, 1990. Specifications for identity and purity of certain food additives. *Food and Nutrition Paper* 49.
- Fellows, P., 2000. *Food processing technology: principles and practice*, Second Edition. Woodhead Publishing Limited and CRC Press LLC, Boca Raton, Boston, London, New York, Washington, DC.
- Fitzpatrick, J., Iqbal, T., Delaney, C., Twomey, T., Keogh, M., 2004. Effect of powder properties and storage conditions on the flowability of milk powders with different fat contents. *Journal of Food Engineering* 64, 435–444.
- Fitzpatrick, J.J., Ahrné, L., 2005. Food powder handling and processing: Industry problems, knowledge barriers and research opportunities. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification* 44, 209–214.
- Fuchs, M., Turchiuli, C., Bohin, M., Cuvelier, M.E., Ordonnaud, C., Peyrat-Maillard, M.N., Dumoulin, E., 2006. Encapsulation of oil in powder using spray drying and fluidised bed agglomeration. *Journal of Food Engineering* 75, 27–35.
- GEA Niro A/S, 2000. *Spray drying*. GEA Niro A/S Powder Technology Division, Copenhagen, Denmark.
- Gharsallaoui, A., Roudaut, G., Chambin, O., Voilley, A., Saurel, R., 2007. Applications of spray-drying in microencapsulation of food ingredients: An overview. *Food Research International* 40, 1107–1121.
- Gibbs, B.F., Kermasha, S., Alli, I., Mulligan, C.N., 1999. Encapsulation in the food industry: a review. *International journal of food sciences and nutrition* 50, 213–224.
- GIFFEN, E., MURASZEW, A., 1953. *The Atomization of Liquid Fuels*. Chapman & Hall, London.
- Gomez, F., Saleh, K., 2012. Mise en forme des poudres - Séchage par atomisation. *Principes. Techniques de l'ingénieur Principes de formulation*.
- Gouin, S., 2004. Microencapsulation: industrial appraisal of existing technologies and trends. *Trends in Food Science & Technology* 15, 330–347.
- Graves, B., Weiss, H., 1992. Encapsulation techniques, in: Hui, Y.H. (Ed.), *Encyclopedia of Food Science and Technology*. John Wiley & Sons, Inc., New York, pp. 697–703.
- Greenblatt, H.C., Dombroski, M., Klishevich, W., Kirkpatrick, J., Bajwa, I., Garrison, W., Redding, B.K., 1993. Encapsulation and controlled release of flavours and fragrances, in: Karsa, D.R.,

- Stephenson, R.A. (Eds.), *Encapsulation and Controlled Release*. Royal Society of Chemistry, Cambridge, pp. 148–162.
- Habba, A., 1997. Nouveaux procédés de précuisson et d'étuvage du riz par détente instantanée contrôlée (DIC): analyse des opérations, optimisation des procédés et approche à l'industrialisation. Université de Technology de Compiègne, Compiègne-France.
- Haddad, J., 2002. Impacts des procédés hydro-thermo-mécaniques dans la valorisation des graines oléoprotéagineuses. Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Hayes, G.D., 1987. *Food engineering data handbook*. Longman Scientific & Technical, London.
- Heywood, A.A., Myers, D.J., Bailey, T.B., Johnson, L.A., 2002. Functional properties of low-fat soy flour produced by an extrusion-expelling system. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 79, 1249–1253.
- Honig, D.H., Rackis, J.J., 1975. Volatile components of maturing soybeans. *American Association of Cereal Chemists, Inc* 52.
- Hutton, C.W., Campbell, A.M., 1977. Functional Properties of a Soy Concentrate and a Soy Isolate in Simple Systems and in a Food System. *Journal of Food Science* 42, 457–460.
- Ingebo, R.D., 1951. Vaporization rates and heat-transfer coefficients for pure liquid drops. *NACA Technical Note* 2368.
- Iskandar, F., 2009. Nanoparticle processing for optical applications – A review. *Advanced Powder Technology* 20, 283–292.
- Jideani, V.A., 2011. Functional Properties of Soybean Food Ingredients in Food Systems, in: *Soybean - Biochemistry, Chemistry and Physiology*, Prof. Tzi-Bun Ng (Ed.).
- Juhel, F., 2000. Etude de l'application de deux nouvelles opérations de séchage/texturation du poisson; analyse comparative du procédé et du produit (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Kearsley, M.W., Dziedzic, S.Z., 1995. *Handbook of Starch Hydrolysis Products and Their Derivatives*. Springer.
- Kenyon, M.M., 1995. Modified Starch, Maltodextrin, and Corn Syrup Solids as Wall Materials for Food Encapsulation, in: Risch, S.J., Reineccius, G.A. (Eds.), *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*, ACS Symposium Series. American Chemical Society, Washington, DC, pp. 42–50.
- Kim, K.Y., Marshall, W.R., 1971. Drop-size distributions from pneumatic atomizers. *AIChE Journal* 17, 575–584.
- King, A.H., 1995. Encapsulation of Food Ingredients, in: *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*, ACS Symposium Series. American Chemical Society, Washington, DC, pp. 26–39.
- Klima, L., 2006. Chauffage des matériaux par micro-ondes (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Krishnan, S., Bhosale, R., Singhal, R.S., 2005. Microencapsulation of cardamom oleoresin: Evaluation of blends of gum arabic, maltodextrin and a modified starch as wall materials. *Carbohydrate Polymers* 61, 95–102.
- Kristiawan, M., 2006. Traitement thermo-mécanique des fleurs d'ylang-ylang indonésienne par détente instantanée contrôlée (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Kuntz, I.D., Jr, Kauzmann, W., 1974. Hydration of proteins and polypeptides. *Advances in protein*

chemistry 28, 239–345.

- Lakkis, J.M., 2007. Encapsulation and Controlled Release Technologies in Food Systems, 1st ed. Blackwell Publishing Professional, USA.
- Land, C.M.V., 1991. Industrial drying equipment: selection and application. Marcel Dekker Incorporated, New York.
- Landy, P., Druaux, C., Voilley, A., 1995. Retention of aroma compounds by proteins in aqueous solution. *Food Chemistry* 54, 387–392.
- Lang, R.J., 1962. Ultrasonic Atomization of Liquids. *The journal of the acoustical society of America* 34.
- Lerche, D., 2002. Dispersion Stability and Particle Characterization by Sedimentation Kinetics in a Centrifugal Field. *Journal of Dispersion Science and Technology* 23, 699–709.
- Lide, D.R. (Ed.), 1998. CRC Handbook of Chemistry and Physics, 79th ed. CRC Press, Boca Raton, Boston, London, New York, Washington, DC.
- Liu, X.-D., Atarashi, T., Furuta, T., Yoshii, H., Aishima, S., Ohkawara, M., Linko, P., 2001. Microencapsulation of Emulsified Hydrophobic Flavors by Spray Drying. *Drying Technology* 19, 1361–1374.
- Liu, Z., Zhou, J., Zeng, Y., Ouyang, X., 2004. The enhancement and encapsulation of *Agaricus bisporus* flavor. *Journal of Food Engineering* 65, 391–396.
- Louka, N., 1996. Maîtrise de la qualité des produits agro-alimentaires séchés; modification texturale et réduction du coût énergétique par détente instantanée contrôlée (DIC) vers le vide. Conception et réalisation d'un nouveau procédé industriel (Thèse de Doctorat). Université de Technologie de Compiègne, Compiègne-France.
- Manning, W.P., Gauvin, W.H., 1960. Heat and mass transfer to decelerating finely atomized sprays. *AIChE Journal* 6, 184–190.
- Marshall, W.R., 1955. Heat and mass transfer in spray drying. *Trans. Am. Soc. Mech. Eng.* 77.
- Masters, K., 1991. Spray drying handbook. Longman Scientific & Technical ; Wiley, Burnt Mill, Harlow, Essex, England; New York.
- Matsumura, Y., Satake, C., Egami, M., Mori, T., 2000. Interaction of Gum Arabic, Maltodextrin and Pullulan with Lipids in Emulsions. *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry* 64, 1827–1835.
- McCabe, W.L., Smith, J.C., Harriott, P., 2005. Unit Operations of Chemical Engineering. McGraw-Hill.
- McNamee, B.F., O'Riorda, E.D., O'Sullivan, M., 1998. Emulsification and Microencapsulation Properties of Gum Arabic. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 46, 4551–4555.
- McNamee, B.F., O'Riorda, E.D., O'Sullivan, M., 2001. Effect of Partial Replacement of Gum Arabic with Carbohydrates on Its Microencapsulation Properties. *J. Agric. Food Chem.* 49, 3385–3388.
- Meesters, G.M.H., 2002. Powder technology at DSM Food Specialties Powders in applications, in: Powder Research to Promote Competitive Manufacture of Added-Value Food Ingredients. Presented at the European Commission 5th Framework Programme, Brussels, Belgium.
- Mellor, J.D., 1978. Fundamentals of freeze-drying. Academic Press, London.
- Mellouk, H., 2007. Extraction des volatils à partir du bois par détente instantanée contrôlée (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Mochida, T., 1978. Ultrasonic Atomization of Liquids, in: Proceedings of the 1st International

- Conference on Liquid Atomization and Spray Systems. Fuel Society of Japan, Tokyo, Japan, pp. 193–200.
- Montenegro, M.A., Boiero, M.L., Valle, L., Borsarelli, C.D., 2012. Gum Arabic: More Than an Edible Emulsifier, in: Verbeek, C. (Ed.), *Products and Applications of Biopolymers*. InTech.
- Mounir, S., 2007. Etude de nouveaux procedes de fabrication de poudres par insertion de la technologie de detentes instantanee controlee DIC, dans les processus d'atomisation, de sechage/ texturation et de pulverisation controlee sous vide de produits laitiers (Thèse de Doctorat). Universite de La Rochelle, France.
- Moure, A., Sineiro, J., Domínguez, H., Parajó, J.C., 2006. Functionality of oilseed protein products: A review. *Food Research International* 39, 945–963.
- Mujumdar, A.S., 2006. *Handbook of Industrial Drying*, Third Edition. Taylor & Francis Group, LLC, New York.
- Muller, D., Okoro, C., 2004. Production and marketing of gum-arabic. *NGARA Publication Series* 2.
- NAEGA, 2008. *Wheat and Flour Testing Methods: A Guide to Understanding Wheat and Flour Quality*, Version 2. Wheat Marketing Center, Inc. Portland Oregon, USA.
- Nandiyanto, A.B.D., Okuyama, K., 2011. Progress in developing spray-drying methods for the production of controlled morphology particles: From the nanometer to submicrometer size ranges. *Advanced Powder Technology* 22, 1–19.
- Niro Atomizer, 1978. *Analytical Methods for Dry Milk Products*. A/S Niro Atomizer - GEA NIRO, Copenhagen, Denmark.
- NIST/SEMATECH, 2012. e-Handbook of Statistical Methods [WWW Document]. URL <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/>
- Nurhadi, B., Andoyo, R., Mahani, Rossi Indiarito, 2012. Study the properties of honey powder produced from spray drying and vacuum drying method. *International Food Research Journal* 19, 907–912.
- Okos, M., Campanella, O., Narsimhan, G., Singh, R., Weitnauer, A., 2006. Food Dehydration, in: Heldman, D., Lund, D. (Eds.), *Handbook of Food Engineering*, Second Edition. CRC Press, pp. 601–744.
- Ortega-Rivas, E., 2009. Bulk Properties of Food Particulate Materials: An Appraisal of their Characterisation and Relevance in Processing. *Food Bioprocess Technol* 2, 28–44.
- Peleg, M., 1977. Flowability of Food Powders and Methods for Its Evaluation — a Review. *Journal of Food Process Engineering* 1, 303–328.
- Perez-Munoz, F., Flores, R.A., 1997b. Particle size of spray-dried soymilk. *Applied Engineering in Agriculture* 13, 647–652.
- Phillips, G.O., Williams, P.A., 2000. Gum Arabic, in: *Handbook of Hydrocolloids*. Woodhead Publishing in Food Science, Technology and Nutrition, pp. 155–168.
- Rajan, R., Pandit, A.B., 2001. Correlations to predict droplet size in ultrasonic atomisation. *Ultrasonics* 39, 235–255.
- Rakatozafy, H.D., 2001. Application du nouveau procédé de déshydratation par détentes successives (DDS), dans le séchage de produits biologiques à haute valeur ajoutée (Thèse de Doctorat). Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Randall, R.C., Phillips, G.O., Williams, P.A., 1988. The role of the proteinaceous component on the emulsifying properties of gum arabic. *Food Hydrocolloids* 2, 131–140.

- Ranz, W.E., Marshall, W.R., 1952. Evaporation from drops. *Chemical Engineering Progress* 48, 141.
- Reineccius, G., 1988. Spray-Drying of Food Flavors, in: Reineccius, G., Risch, S.J. (Eds.), *Flavor Encapsulation*, ACS Symposium Series. American Chemical Society, Washington, DC, pp. 55–66.
- Reineccius, G., 1994. *Source book of flavors*. Chapman & Hall, New York, N.Y.
- Riaz, M.N., 2006. *Soy Applications in Food*. CRC Press, Taylor & Francis Group, London.
- Risch, S.J., 1995. Encapsulation: Overview of Uses and Techniques, in: Risch, S.J., Reineccius, G.A. (Eds.), *Encapsulation and Controlled Release of Food Ingredients*. American Chemical Society, Washington, DC, pp. 2–7.
- Sahyoun, W., 1996. *Maîtrise de l'aptitude de matériaux agro-alimentaires aux procédés de séchage. Etude de l'adéquation entre les états structuraux, biochimiques, physiques et comportementaux sur les processus de déshydratation (Thèse de Doctorat)*. Université de Technologie de Compiègne, Compiègne-France.
- Saleh, K., Guigon, P., 2009. Caractérisation et analyse des poudres - Propriétés physiques des solides divisés. *Techniques de l'ingénieur-Génie des procédés JC1*, n° J2251.
- Saleh, M.S., Bala, A.B., 2010. The use of gum arabic as a lateretic soil stabilizer. *Journal of Sciences and Multidisciplinary Research*, Cenresin Publications 2.
- Sanya, E., 2000. *Analyse du traitement hydro-amido-thermique de bois gorgé d'eau; application à la restauration préservation du bois archéologique (Thèse de Doctorat)*. Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Shahidi, F., Han, X.Q., 1993. Encapsulation of food ingredients. *Crit Rev Food Sci Nutr* 33, 501–547.
- Sharma, M., Kadam, D.M., Chadha, S., Wilson, R.A., Gupta, R.K., 2013. Influence of particle size on physical and sensory attributes of mango pulp powder. *International Agrophysics* 27.
- Sono-Tek, 2012. *Ultrasonic Spray Nozzle Overview [WWW Document]*. URL <http://www.sono-tek.com/ultrasonic-nozzle-overview/>
- Sootitantawat, A., Bigeard, F., Yoshii, H., Furuta, T., Ohkawara, M., Linko, P., 2005. Influence of emulsion and powder size on the stability of encapsulated D-limonene by spray drying. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 6, 107–114.
- Strategic Document for Research in Food Powders [WWW Document], 2003. URL <http://www.foodpowders.net>
- Thai Cong, D., 2002. *Etude de l'application du procédé hydrothermique dans le traitement de différents types de riz : procédé d'étuvage et microexpansion par détente instantanée contrôlée et impact sur les propriétés fonctionnelles (Thèse de Doctorat)*. Université de La Rochelle, La Rochelle-France.
- Toro-Vazquez, J.F., Briceño-Montelongo, M., Dibildox-Alvarado, E., Charó-Alonso, M., Reyes-Hernández, J., 2000. Crystallization kinetics of palm stearin in blends with sesame seed oil. *J Amer Oil Chem Soc* 77, 297–310.
- Traynham, T.L., Myers, D.J., Carriquiry, A.L., Johnson, L.A., 2007. Evaluation of Water-Holding Capacity for Wheat–Soy Flour Blends. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 84, 151–155.
- U.S. Soybean Export Council, 2011. *How the Global Oilseed and Grain Trade Works*. Soyatech, LLC, Southwest Harbor, US.

- Wang, W., Zhou, W., 2013. Water Adsorption and Glass Transition of Spray-Dried Soy Sauce Powders Using Maltodextrins as Carrier. *Food Bioprocess Technol* 6, 2791–2799.
- Whistler, R.L., BeMiller, J.N., 1993. *Industrial gums: polysaccharides and their derivatives*, 3rd ed. Academic Press, San Diego, CA.
- Wolf, W.J., 1976. *Chemistry and Technology of Soybeans*. American Association of Cereal Chemists, Inc 325–377.
- Yoshii, H., Soottitantawat, A., Liu, X.-D., Atarashi, T., Furuta, T., Aishima, S., Ohgawara, M., Linko, P., 2001. Flavor release from spray-dried maltodextrin/gum arabic or soy matrices as a function of storage relative humidity. *Innovative Food Science & Emerging Technologies* 2, 55–61.
- Zakarian, J.A., King, C.J., 1982. Volatiles loss in the nozzle zone during spray drying of emulsions. *Ind. Eng. Chem. Proc. Des. Dev.* 21, 107–113.
- Zayas, J.F., 1997. *Functionality of Proteins in Foods*. Springer, New York.
- Zbicinski, I., Delag, A., Strumillo, C., Adamiec, J., 2002. Advanced experimental analysis of drying kinetics in spray drying. *Chemical Engineering Journal* 86, 207–216.
- Zuidam, N.J., Nedovic', V.A., 2010. *Encapsulation technologies for active food ingredients and food processing*. Springer, New York.

PARTIE VII. ANNEXES

Tableau VII-1: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 mm

Paramètre	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
ρ_a (kg/m ³)	737,8	689,6	680,8	686,2	687,2	691,0	727,6
ρ_p (kg/m ³)	945,9	900,3	895,8	914,9	916,3	909,2	909,5
ρ_{int} (kg/m ³)	1503,9	1513,1	1513,4	1512,3	1514,0	1515,8	1515,3
Taux de remplissage	0,629	0,595	0,592	0,605	0,605	0,600	0,600
Compressibilité	22,00	23,40	24,00	25,00	25,00	24,00	20,00
Hausner indice	1,282	1,305	1,316	1,333	1,333	1,316	1,250
Porosité	0,509	0,544	0,550	0,546	0,546	0,544	0,520
V_{ai} (cm ³)	39,23	44,99	45,56	43,17	43,09	44,01	43,96
d_{sv} (μm)	127,06	87,85	84,38	86,77	83,90	90,30	84,21

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
ρ_a (kg/m ³)	687,2	732,2	686,4	682,8	716,4	702,4	680,2
ρ_p (kg/m ³)	904,2	968,5	915,2	898,4	942,6	924,2	906,9
ρ_{int} (kg/m ³)	1514,6	1514,4	1513,0	1514,8	1512,2	1509,7	1512,7
Taux de remplissage	0,597	0,640	0,605	0,593	0,623	0,612	0,600
Compressibilité	24,00	24,40	25,00	24,00	24,00	24,00	25,00
Hausner indice	1,316	1,323	1,333	1,316	1,316	1,316	1,333
Porosité	0,546	0,517	0,546	0,549	0,526	0,535	0,550
V_{ai} (cm ³)	44,57	37,22	43,17	45,29	39,96	41,96	44,15
d_{sv} (μm)	83,50	103,87	97,74	85,60	105,09	88,21	82,40

Tableau VII-2: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 – 1,7 mm

Paramètre	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
ρ_a (kg/m ³)	715,6	693,4	710,2	698,0	699,4	710,0	701,0
ρ_p (kg/m ³)	915,1	924,5	922,3	918,4	940,1	922,1	922,4
ρ_{int} (kg/m ³)	1504,5	1519,6	1520,9	1517,7	1518,9	1520,5	1519,1
Taux de	0,608	0,608	0,606	0,605	0,619	0,606	0,607

remplissage							
Compressibilité	21,80	25,00	23,00	24,00	25,60	23,00	24,00
Hausner indice	1,279	1,333	1,299	1,316	1,344	1,299	1,316
Porosité	0,524	0,544	0,533	0,540	0,540	0,533	0,539
V_{ai} (cm ³)	42,81	42,36	42,67	42,99	40,54	42,68	42,59
d_{sv} (μm)	130,51	89,21	77,42	83,38	81,07	84,24	85,32

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	
ρ_a (kg/m ³)	690,2	712,6	703,0	690,6	701,6	711,8	
ρ_p (kg/m ³)	932,7	947,6	944,9	933,2	948,1	936,6	
ρ_{int} (kg/m ³)	1516,7	1517,4	1515,9	1517,7	1515,2	1517,2	
Taux de remplissage	0,615	0,624	0,623	0,615	0,626	0,617	
Compressibilité	26,00	24,80	25,60	26,00	26,00	24,00	
Hausner indice	1,351	1,330	1,344	1,351	1,351	1,316	
Porosité	0,545	0,530	0,536	0,545	0,537	0,531	
V_{ai} (cm ³)	41,28	39,63	39,86	41,26	39,48	40,86	
d_{sv} (μm)	88,30	89,44	90,30	87,25	99,21	106,83	

Tableau VII-3: Résultats de calcul pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,7 - 2 mm

Paramètre	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
ρ_a (kg/m ³)	709,6	696,2	694,2	698,6	691,6	700,8	684,6
ρ_p (kg/m ³)	909,7	916,1	925,6	909,6	910,0	922,1	917,7
ρ_{int} (kg/m ³)	1504,5	1512,2	1514,4	1513,7	1513,1	1513,0	1512,1
Taux de remplissage	0,605	0,606	0,611	0,601	0,601	0,609	0,607
Compressibilité	22,00	24,00	25,00	23,20	24,00	24,00	25,40
Hausner indice	1,282	1,316	1,333	1,302	1,316	1,316	1,340
Porosité	0,528	0,540	0,542	0,538	0,543	0,537	0,547
V_{ai} (cm ³)	43,45	43,04	42,01	43,87	43,80	42,35	42,84
d_{sv} (μm)	136,26	84,70	84,23	90,39	92,07	87,29	93,72

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
ρ_a (kg/m ³)	685,0	699,0	691,4	681,0	700,0	685,2	689,6
ρ_p (kg/m ³)	901,3	927,1	905,0	900,8	921,1	901,6	907,4
ρ_{int} (kg/m ³)	1513,2	1511,9	1507,2	1510,9	1508,4	1509,3	1511,2
Taux de remplissage	0,596	0,613	0,600	0,596	0,611	0,597	0,600
Compressibilité	24,00	24,60	23,60	24,40	24,00	24,00	24,00
Hausner indice	1,316	1,326	1,309	1,323	1,316	1,316	1,316
Porosité	0,547	0,538	0,541	0,549	0,536	0,546	0,544
V_{ai} (cm ³)	44,86	41,73	44,15	44,83	42,28	44,66	44,04
d_{sv} (μm)	83,34	98,12	96,66	99,74	107,88	98,55	82,38

Tableau VII-4: Résultats de calcul pour la poudre atomisée de la gomme arabique

Paramètre	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5
ρ_a (kg/m ³)	415,6	413,6	417,8	387,8	491,0	421,2
ρ_p (kg/m ³)	564,7	608,2	610,8	593,0	654,7	601,7
ρ_{int} (kg/m ³)	1211,9	1228,2	1226,5	1217,9	1270,7	1222,3
Taux de remplissage	0,466	0,495	0,498	0,487	0,515	0,492
Compressibilité	26,40	32,00	31,60	34,60	25,00	30,00
Hausner indice	1,359	1,471	1,462	1,529	1,333	1,429
Porosité	0,657	0,663	0,659	0,682	0,614	0,655
V_{ai} (cm ³)	94,58	82,99	82,18	86,54	74,05	84,38
d_{sv} (μm)	120,30	147,82	117,50	145,73	94,50	108,37

Paramètre	DIC 6	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11
ρ_a (kg/m ³)	390,0	384,2	403,0	395,4	439,2	460,0
ρ_p (kg/m ³)	594,5	591,1	596,2	579,8	601,6	647,9
ρ_{int} (kg/m ³)	1215,3	1213,7	1215,5	1209,8	1221,4	1271,7
Taux de remplissage	0,489	0,487	0,490	0,479	0,493	0,509
Compressibilité	34,40	35,00	32,40	31,80	27,00	29,00
Hausner indice	1,524	1,538	1,479	1,466	1,370	1,408
Porosité	0,679	0,683	0,668	0,673	0,640	0,638
V_{ai} (cm ³)	85,92	86,79	85,47	89,83	84,34	75,71

d _{sv} (µm)	137,62	119,82	113,40	112,99	136,61	107,56
----------------------	--------	--------	--------	--------	--------	--------

Tableau VII-5: Cinétique de séchage à 50°C pour la gomme arabique en morceaux – Taille 1,4 mm

Temps (min)	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
0	15,61%	16,11%	14,79%	16,01%	16,62%	16,57%	15,25%
5	15,29%	15,43%	14,02%	15,17%	15,77%	15,55%	14,64%
10	14,96%	14,88%	13,43%	14,51%	15,08%	14,74%	14,19%
15	14,78%	14,47%	13,04%	14,09%	14,64%	14,22%	13,85%
20	14,49%	14,20%	12,77%	13,74%	14,19%	13,77%	13,60%
25	14,35%	13,94%	12,46%	13,47%	13,93%	13,44%	13,33%
30	14,15%	13,64%	12,19%	13,16%	13,59%	13,01%	13,01%
45	13,27%	12,63%	11,13%	12,11%	12,50%	11,79%	12,11%
60	12,51%	11,92%	10,37%	11,36%	11,75%	11,03%	11,53%
75	11,94%	11,57%	9,97%	10,86%	11,24%	10,49%	11,04%
90	11,59%	11,02%	9,59%	10,41%	10,85%	10,13%	10,68%
105	11,32%	10,78%	9,32%	10,11%	10,62%	10,03%	10,47%
120	11,15%	10,61%	9,19%	9,91%	10,38%	9,76%	10,24%
180	9,60%	9,11%	7,56%	8,49%	8,90%	8,16%	8,73%
240	8,94%	8,44%	6,93%	7,81%	8,24%	7,55%	8,10%

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
0	16,03%	15,63%	17,10%	16,34%	15,75%	16,59%	16,14%
5	15,29%	15,11%	16,19%	15,61%	15,20%	15,86%	15,29%
10	14,84%	14,72%	15,75%	15,23%	14,85%	15,47%	14,80%
15	14,46%	14,46%	15,28%	14,79%	14,47%	15,10%	14,37%
20	14,14%	14,21%	14,96%	14,55%	14,22%	14,82%	14,06%
25	13,90%	14,06%	14,61%	14,26%	13,98%	14,58%	13,79%
30	13,66%	13,84%	14,36%	14,06%	13,76%	14,34%	13,52%
45	12,72%	13,09%	13,39%	13,14%	12,95%	13,45%	12,57%
60	12,07%	12,54%	12,75%	12,50%	12,42%	12,83%	11,95%
75	11,59%	12,16%	12,05%	11,96%	11,89%	12,34%	11,36%
90	11,22%	11,81%	11,69%	11,61%	11,53%	11,90%	11,07%
105	10,95%	11,58%	11,37%	11,31%	11,19%	11,65%	10,72%

120	10,73%	11,37%	11,16%	11,12%	10,96%	11,43%	10,54%
180	9,35%	10,23%	9,68%	9,71%	9,79%	10,12%	9,20%
240	8,75%	9,61%	9,10%	9,10%	9,14%	9,47%	8,59%

Tableau VII-6: Résultats de calcul pour le mélange de poudre atomisée de la GA et la MD

Paramètre	Moyenne	1	2	3	4	5	6
ρ_a (kg/m ³)	410,2	367,3	431,6	406,1	362,7	443,1	364,4
ρ_p (kg/m ³)	685,5	650,1	750,6	674,6	659,5	722,8	617,6
ρ_{int} (kg/m ³)	1316,0	1310,0	1359,0	1247,9	1374,6	1351,9	1386,0
V_{ai} (cm ³)	70,28	77,49	59,64	68,10	78,89	64,37	89,76
Débit (ml/s)	1,873	1,779	2,636	1,892	2,128	2,679	2,347
T_s (°C)	66,99	63,00	61,17	80,00	65,00	75,17	56,00
Teneur en eau du produit (%)	9,41	11,79	9,75	7,05	10,64	6,68	14,33

Paramètre	7	8	9	10	11	12	13
ρ_a (kg/m ³)	426,4	438,8	377,9	433,0	423,1	432,8	425,7
ρ_p (kg/m ³)	709,5	719,3	635,1	715,7	641,1	703,7	711,9
ρ_{int} (kg/m ³)	1329,8	1308,9	1235,4	1329,0	1222,3	1321,7	1331,2
V_{ai} (cm ³)	65,75	62,62	76,50	64,48	74,18	66,44	65,35
Débit (ml/s)	1,852	1,227	1,256	1,933	1,082	1,638	1,894
T_s (°C)	64,33	62,67	76,00	64,17	78,67	60,67	64,00
Teneur en eau du produit (%)	9,21	9,82	9,30	9,62	6,82	7,94	9,41

Tableau VII-7 : Résultats de calcul pour le soja décortiqué après le traitement DIC

Paramètre	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
ρ_a (kg/m ³)	490,3	408,7	408,0	449,2	425,9	427,2	427,1
ρ_p (kg/m ³)	684,8	601,0	592,2	623,9	615,5	585,2	597,3
ρ_{int} (kg/m ³)	1267,1	1262,9	1255,6	1258,9	1262,8	1256,7	1261,1
Taux de remplissage	0,540	0,476	0,472	0,496	0,487	0,466	0,474
Compressibilité	28,40	32,00	31,10	28,00	30,80	27,00	28,50

Hausner indice	1,397	1,471	1,451	1,389	1,445	1,370	1,399
Porosité	0,613	0,676	0,675	0,643	0,663	0,660	0,661
V_{ai} (cm ³)	67,11	87,20	89,23	80,85	83,29	91,31	88,11
IM (s)	602	25	50	28	28	51	28
WHC (g/g)	1,429	1,637	2,041	1,664	1,643	2,150	1,861
d_{sv} (μm)	213,44	208,83	175,61	187,40	210,21	180,04	189,47
OHC (g/g)	0,698	0,817	0,918	0,909	0,818	1,099	1,063

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
ρ_a (kg/m ³)	419,9	426,4	462,3	411,7	456,0	453,6	417,8
ρ_p (kg/m ³)	599,9	618,0	651,1	609,9	651,4	623,1	605,5
ρ_{int} (kg/m ³)	1266,0	1273,8	1273,4	1264,0	1273,8	1272,9	1265,1
Taux de remplissage	0,474	0,485	0,511	0,483	0,511	0,489	0,479
Compressibilité	30,00	31,00	29,00	32,50	30,00	27,20	31,00
Hausner indice	1,429	1,449	1,408	1,481	1,429	1,374	1,449
Porosité	0,668	0,665	0,637	0,674	0,642	0,644	0,670
V_{ai} (cm ³)	87,72	83,31	75,05	84,84	75,00	81,94	86,11
IM (s)	24	102	34	25	65	39	37
WHC (g/g)	1,589	1,569	1,546	1,687	1,573	1,679	1,615
d_{sv} (μm)	209,17	208,34	220,62	207,81	227,43	219,90	205,70
OHC (g/g)	0,815	1,122	1,002	0,848	0,996	1,029	0,830

Tableau VII-8 : Résultats de calcul pour la poudre atomisée du soja seul

Paramètre	Moyenne	1	2	3	4	5	6
ρ_a (kg/m ³)	411,1	422,4	359,6	372,8	420,0	388,6	400,2
ρ_p (kg/m ³)	588,9	603,4	576,3	532,6	600,0	580,0	566,9
ρ_{int} (kg/m ³)	1201,2	1209,7	1204,2	1179,2	1197,1	1227,6	1229,1
Taux de remplissage	0,490	0,499	0,479	0,452	0,501	0,472	0,461
Compressibilité	30,22	30,00	37,60	30,00	30,00	33,00	29,40
Hausner indice	1,436	1,429	1,603	1,429	1,429	1,493	1,416

Porosité	0,658	0,651	0,701	0,684	0,649	0,683	0,674
V_{ai} (cm ³)	86,87	83,05	90,48	102,96	83,13	90,95	95,05
IM (s)	299	51	1105	517	177	1025	22
WHC (g/g)	0,857	0,846	0,701	0,884	0,814	0,731	0,925
d_{sv} (µm)	228,86	226,42	168,42	210,83	220,27	204,51	217,53
OHC (g/g)	1,522	1,463	1,629	1,486	1,482	1,520	1,682
Débit (ml/s)	4,728	5,208	3,415	5,976	5,085	4,087	3,240
T_s (°C)	76,94	76,50	83,60	85,00	79,83	82,50	69,33
Teneur en eau du produit (%)	2,02	2,18	1,46	1,59	1,88	1,16	1,79
h_v (kJ/m ³ hK)	405,76	448,28	264,33	435,20	421,72	305,81	317,07

Paramètre	7	8	9	10	11	12	13
ρ_a (kg/m ³)	406,2	470,0	411,4	409,8	406,0	444,2	432,6
ρ_p (kg/m ³)	606,3	640,3	555,9	602,6	588,4	598,7	604,2
ρ_{int} (kg/m ³)	1188,3	1204,9	1160,8	1197,3	1169,4	1226,4	1221,4
Taux de remplissage	0,510	0,531	0,479	0,503	0,503	0,488	0,495
Compressibilité	33,00	26,60	26,00	32,00	31,00	25,80	28,40
Hausner indice	1,493	1,362	1,351	1,471	1,449	1,348	1,397
Porosité	0,658	0,610	0,646	0,658	0,653	0,638	0,646
V_{ai} (cm ³)	80,79	73,18	93,73	82,41	84,44	85,50	83,64
IM (s)	238	23	45	110	479	33	57
WHC (g/g)	0,815	0,957	0,928	0,859	0,739	1,086	0,855
d_{sv} (µm)	212,92	274,07	278,52	215,85	243,46	273,20	229,25
OHC (g/g)	1,487	1,301	1,629	1,484	1,670	1,520	1,439
Débit (ml/s)	4,615	3,529	6,944	4,916	5,634	4,190	4,630
T_s (°C)	78,50	69,71	81,50	79,14	71,75	66,33	76,57
Teneur en eau du produit (%)	2,06	2,93	1,84	1,80	2,29	3,05	2,26
h_v (kJ/m ³ hK)	387,22	356,47	543,77	411,49	527,19	456,36	399,99

Tableau VII-9 : Résultats de calcul pour la poudre atomisée du soja avec la GA et la MD

Paramètre	Moyenne	1	2	3	4	5	6
ρ_a (kg/m ³)	427,9	405,0	406,0	424,2	439,2	443,8	449,2
ρ_p (kg/m ³)	649,7	632,8	650,6	660,7	661,4	646,9	645,4
ρ_{int} (kg/m ³)	1259,1	1262,4	1265,5	1262,7	1259,7	1255,5	1249,0
Taux de remplissage	0,516	0,501	0,514	0,523	0,525	0,515	0,517
Compressibilité	34,13	36,00	37,60	35,80	33,60	31,40	30,40
Hausner indice	1,521	1,563	1,603	1,558	1,506	1,458	1,437
Porosité	0,660	0,679	0,679	0,664	0,651	0,647	0,640
V_{ai} (cm ³)	74,54	78,81	74,67	72,15	71,80	74,92	74,88
IM (s)	452	880	787	300	234	215	294
WHC (g/g)	0,974	0,897	0,982	0,987	0,999	1,003	0,976
d_{sv} (μm)	203,61	180,52	190,52	218,76	219,79	209,36	202,71
OHC (g/g)	1,438	1,291	1,351	1,426	1,496	1,533	1,529
Débit (ml/s)	3,208	2,632	2,880	3,342	3,390	3,551	3,453
T_s (°C)	72,11	73,20	73,00	72,25	71,40	71,20	71,60
Teneur en eau du produit (%)	2,74	2,03	2,29	2,94	3,04	3,36	2,80
h_v (kJ/m ³ hK)	263,81	213,30	234,19	274,38	281,28	295,15	284,54

Tableau VII-10: Cinétique de séchage à 40°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC

Temps (min)	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
0	9,65%	10,69%	9,68%	10,36%	11,50%	9,64%	9,78%
5	9,11%	9,72%	8,37%	9,30%	10,28%	8,30%	8,79%
10	8,90%	9,25%	7,73%	8,79%	9,64%	7,46%	8,30%
15	8,68%	8,91%	7,32%	8,38%	9,25%	6,84%	7,95%
20	8,51%	8,66%	6,95%	8,11%	8,87%	6,36%	7,66%
25	8,36%	8,48%	6,71%	7,88%	8,58%	6,06%	7,44%
30	8,18%	8,25%	6,46%	7,64%	8,35%	5,77%	7,26%
40	7,96%	7,86%	5,96%	7,20%	7,84%	5,17%	6,80%
50	7,76%	7,59%	5,61%	6,91%	7,54%	4,84%	6,55%
60	7,62%	7,41%	5,40%	6,67%	7,25%	4,55%	6,33%

75	7,40%	7,06%	5,04%	6,35%	6,85%	4,18%	5,97%
90	7,19%	6,83%	4,79%	6,06%	6,56%	3,92%	5,73%
110	6,95%	6,51%	4,53%	5,75%	6,15%	3,66%	5,45%
130	6,74%	6,27%	4,33%	5,54%	5,94%	3,47%	5,26%
150	6,56%	6,06%	4,19%	5,31%	5,70%	3,32%	5,08%
180	6,28%	5,78%	3,92%	5,03%	5,30%	3,11%	4,78%
210	6,11%	5,56%	3,78%	4,83%	5,10%	2,98%	4,61%
240	5,91%	5,39%	3,57%	4,62%	4,89%	2,86%	4,45%

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
0	11,33%	12,12%	12,93%	11,59%	12,79%	12,79%	11,91%
5	10,30%	11,39%	12,09%	10,39%	12,01%	11,92%	10,75%
10	9,76%	11,03%	11,73%	9,73%	11,64%	11,51%	10,08%
15	9,38%	10,78%	11,43%	9,25%	11,37%	11,23%	9,70%
20	9,07%	10,58%	11,17%	8,85%	11,11%	10,96%	9,35%
25	8,82%	10,42%	10,92%	8,51%	10,91%	10,76%	9,09%
30	8,58%	10,21%	10,71%	8,30%	10,71%	10,58%	8,85%
40	8,15%	9,91%	10,36%	7,75%	10,36%	10,21%	8,40%
50	7,85%	9,68%	10,03%	7,37%	10,11%	9,94%	8,06%
60	7,60%	9,44%	9,81%	7,11%	9,85%	9,72%	7,77%
75	7,25%	9,17%	9,48%	6,70%	9,52%	9,38%	7,40%
90	6,96%	8,92%	9,20%	6,39%	9,27%	9,14%	7,11%
110	6,63%	8,61%	8,80%	5,98%	8,92%	8,82%	6,72%
130	6,33%	8,38%	8,54%	5,74%	8,65%	8,56%	6,50%
150	6,07%	8,13%	8,26%	5,47%	8,41%	8,32%	6,23%
180	5,84%	7,86%	7,99%	5,25%	8,12%	8,06%	5,95%
210	5,56%	7,55%	7,62%	4,91%	7,78%	7,75%	5,63%
240	5,29%	7,30%	7,34%	4,65%	7,49%	7,50%	5,38%

Tableau VII-11 : Cinétique de séchage à 50°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC

Temps (min)	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
0	9,65%	10,69%	9,68%	10,36%	11,50%	9,64%	9,78%

5	8,91%	9,21%	7,82%	8,87%	9,75%	7,70%	8,23%
10	8,52%	8,54%	6,89%	8,14%	9,00%	6,57%	7,54%
15	8,26%	8,15%	6,39%	7,65%	8,50%	5,88%	7,08%
20	8,03%	7,89%	5,93%	7,30%	8,15%	5,36%	6,71%
25	7,86%	7,62%	5,62%	7,02%	7,81%	5,00%	6,46%
30	7,73%	7,40%	5,39%	6,77%	7,64%	4,69%	6,22%
40	7,34%	6,93%	4,87%	6,26%	7,05%	4,16%	5,79%
50	7,11%	6,63%	4,50%	5,91%	6,69%	3,82%	5,47%
60	6,89%	6,35%	4,26%	5,62%	6,37%	3,59%	5,22%
75	6,63%	6,00%	3,92%	5,26%	5,95%	3,26%	4,85%
90	6,33%	5,70%	3,66%	4,97%	5,65%	3,05%	4,59%
110	6,07%	5,37%	3,35%	4,61%	5,25%	2,79%	4,30%
130	5,80%	5,11%	3,15%	4,36%	4,96%	2,63%	4,08%
150	5,59%	4,86%	3,04%	4,11%	4,71%	2,51%	3,90%
180	5,29%	4,57%	2,82%	3,85%	4,41%	2,35%	3,68%
210	5,09%	4,31%	2,67%	3,63%	4,16%	2,24%	3,47%
240	4,87%	4,13%	2,54%	3,46%	3,95%	2,16%	3,33%

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
0	11,33%	12,12%	12,93%	11,59%	12,79%	12,79%	11,91%
5	9,88%	11,04%	11,70%	9,79%	11,73%	11,67%	10,25%
10	9,20%	10,60%	11,22%	8,93%	11,31%	11,26%	9,56%
15	8,72%	10,27%	10,81%	8,28%	10,90%	10,80%	8,86%
20	8,40%	10,02%	10,57%	7,89%	10,64%	10,53%	8,47%
25	8,14%	9,82%	10,33%	7,52%	10,43%	10,27%	8,15%
30	7,89%	9,60%	10,09%	7,26%	10,19%	10,05%	7,83%
40	7,42%	9,25%	9,71%	6,67%	9,79%	9,63%	7,32%
50	7,07%	8,91%	9,35%	6,25%	9,46%	9,32%	6,92%
60	6,77%	8,66%	9,08%	5,94%	9,19%	9,01%	6,58%
75	6,37%	8,33%	8,72%	5,45%	8,81%	8,63%	6,15%
90	6,06%	7,99%	8,38%	5,12%	8,49%	8,28%	5,79%
110	5,70%	7,67%	7,95%	4,72%	8,10%	7,94%	5,43%

130	5,42%	7,37%	7,69%	4,45%	7,83%	7,63%	5,14%
150	5,14%	7,10%	7,37%	4,19%	7,47%	7,34%	4,87%
180	4,82%	6,71%	6,98%	3,85%	7,12%	6,95%	4,56%
210	4,56%	6,44%	6,68%	3,63%	6,82%	6,64%	4,31%
240	4,33%	6,17%	6,41%	3,41%	6,51%	6,41%	4,12%

Tableau VII-12 : Cinétique de séchage à 60°C pour le soja décortiqué après le traitement DIC

Temps (min)	Contrôle	DIC 1	DIC 2	DIC 3	DIC 4	DIC 5	DIC 6
0	9,65%	10,69%	9,68%	10,36%	11,50%	9,64%	9,78%
5	8,89%	9,44%	7,80%	8,84%	9,85%	7,63%	8,13%
10	8,36%	8,52%	6,49%	7,81%	8,75%	6,02%	7,07%
15	8,03%	8,01%	5,84%	7,26%	8,12%	5,19%	6,56%
20	7,76%	7,65%	5,39%	6,86%	7,66%	4,65%	6,21%
25	7,55%	7,33%	5,04%	6,51%	7,29%	4,26%	5,90%
30	7,35%	7,06%	4,78%	6,27%	6,97%	4,00%	5,66%
40	6,98%	6,52%	4,20%	5,67%	6,36%	3,40%	5,15%
50	6,64%	6,12%	3,84%	5,25%	5,88%	3,05%	4,79%
60	6,37%	5,79%	3,60%	4,98%	5,54%	2,83%	4,54%
75	6,00%	5,35%	3,22%	4,54%	5,03%	2,49%	4,12%
90	5,73%	5,02%	2,98%	4,25%	4,66%	2,28%	3,86%
110	5,39%	4,64%	2,69%	3,89%	4,26%	2,04%	3,55%
130	5,12%	4,33%	2,51%	3,62%	3,95%	1,89%	3,32%
150	4,89%	4,09%	2,38%	3,41%	3,70%	1,77%	3,15%
180	4,61%	3,76%	2,17%	3,11%	3,39%	1,60%	2,91%
210	4,37%	3,53%	2,03%	2,92%	3,14%	1,52%	2,71%
240	4,17%	3,36%	1,95%	2,75%	2,94%	1,46%	2,57%

Paramètre	DIC 7	DIC 8	DIC 9	DIC 10	DIC 11	DIC 12	DIC 13
0	11,33%	12,12%	12,93%	11,59%	12,79%	12,79%	11,91%
5	9,80%	11,07%	11,83%	9,81%	11,66%	11,59%	10,05%
10	8,78%	10,38%	11,15%	8,53%	10,96%	10,87%	8,86%
15	8,24%	9,96%	10,71%	7,87%	10,54%	10,44%	8,23%

20	7,84%	9,65%	10,38%	7,37%	10,24%	10,14%	7,78%
25	7,50%	9,32%	10,07%	6,97%	9,91%	9,81%	7,37%
30	7,21%	9,05%	9,82%	6,64%	9,66%	9,55%	7,07%
40	6,62%	8,58%	9,32%	5,98%	9,14%	9,05%	6,44%
50	6,21%	8,17%	8,93%	5,50%	8,75%	8,67%	6,01%
60	5,87%	7,86%	8,62%	5,16%	8,41%	8,34%	5,68%
75	5,40%	7,36%	8,12%	4,63%	7,93%	7,86%	5,21%
90	5,05%	7,02%	7,74%	4,29%	7,55%	7,49%	4,87%
110	4,66%	6,56%	7,28%	3,87%	7,10%	7,07%	4,50%
130	4,36%	6,20%	6,91%	3,59%	6,73%	6,71%	4,20%
150	4,08%	5,87%	6,56%	3,34%	6,40%	6,40%	3,97%
180	3,77%	5,44%	6,13%	3,01%	5,96%	6,00%	3,66%
210	3,53%	5,11%	5,78%	2,80%	5,63%	5,66%	3,44%
240	3,32%	4,82%	5,48%	2,61%	5,33%	5,39%	3,27%

Tableau VII-13 : Données expérimentales pour l'atomisation du soja seul

Point	C (%)	T _{a1} (°C)	T _{a2} (°C)	T _{p1} (°C)	ρ _{p1} (g/ml)	To (°C)	φo (%)	V _{p1} (ml/h)	w _{p2} (% bs)
1	20	240	76,50	18,8	1,172	18,65	49,95	18750	2,177
2	25	240	83,60	18,8	1,213	18,80	44,30	12295	1,461
3	20	280	85,00	18,8	1,172	18,70	46,60	21514	1,587
4	20	240	79,83	19,1	1,172	18,80	49,90	18305	1,881
5	23,54	268,28	82,50	18,9	1,201	18,90	43,70	14714	1,158
6	23,54	211,72	69,33	19,7	1,201	19,00	36,40	11663	1,786
7	20	240	78,50	18,5	1,172	18,40	44,65	16615	2,056
8	16,46	211,72	69,71	18,7	1,142	18,50	44,35	12706	2,926
9	16,46	268,28	81,50	18,7	1,142	19,30	41,70	25000	1,838
10	20	240	79,14	19,4	1,172	19,10	52,10	17697	1,797
11	15	240	71,75	18,6	1,130	18,50	45,00	20282	2,286
12	20	200	66,33	21,1	1,172	20,70	61,15	15084	3,048
13	20	240	76,57	20,0	1,172	19,70	55,70	16667	2,259

Tableau VII-14 : Résumé des résultats de calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans le cas de l'atomisation du soja seul

Point	P _s (bar)	x ₀ = x ₁ (g/kg)	T _h (°C)	G _{p2} (kg/h)	W (kg/h)	C _{p2} (kJ/kgK)	Q (kJ/h)	ΔT _{log} (K)	h _v (kJ/m ³ hK)
1	0,02141	6,657	50,38	4,490	17,481	1,6800	45027,77	91,31	448,28
2	0,02161	5,952	50,23	3,784	11,135	1,6662	28875,03	99,31	264,33
3	0,02148	6,225	53,33	5,122	20,087	1,6686	52077,83	108,79	435,20
4	0,02161	6,713	50,39	4,371	17,079	1,6743	44071,75	95,00	421,72
5	0,02175	5,908	52,4	4,208	13,468	1,6603	34885,41	103,71	305,81
6	0,02188	4,944	47,56	3,357	10,655	1,6724	27275,62	78,20	317,07
7	0,02108	5,851	50,21	3,974	15,495	1,6776	39990,54	93,89	387,22
8	0,02121	5,848	47,77	2,459	12,051	1,6944	30851,71	78,68	356,47
9	0,02229	5,778	52,38	4,787	23,762	1,6734	61381,34	102,62	543,77
10	0,02202	7,146	50,48	4,222	16,514	1,6727	42572,06	94,05	411,49
11	0,02121	5,934	50,23	3,515	19,395	1,6821	49726,61	85,75	527,19
12	0,02430	9,289	47,46	3,643	14,032	1,6968	35718,01	71,15	456,36
13	0,02285	7,939	50,64	3,994	15,535	1,6816	39934,60	90,76	399,99

Tableau VII-15 : Données expérimentales pour l'atomisation du soja avec MD/GA

Point	C (%)	T _{a1} (°C)	T _{a2} (°C)	T _{p1} (°C)	ρ _{p1} (g/ml)	To (°C)	φo (%)	V _{p1} (ml/h)	w _{p2} (% bs)
1	25	200	73,20	19,0	1,035	18,1	58,4	9474	2,03
2	25	200	73,00	20,3	1,035	18,4	55,3	10369	2,29
3	25	200	72,25	20,3	1,035	19,4	56,4	12032	2,94
4	25	200	71,40	21,6	1,035	20,2	48,8	12203	3,04
5	25	200	71,20	21,6	1,035	20,3	48,3	12784	3,36
6	25	200	71,60	21,3	1,035	20,0	40,3	12431	2,80

Tableau VII-16: Résumé des résultats de calcul du coefficient de transfert de chaleur volumétrique dans le cas de l'atomisation du soja avec MD/GA

Point	P _s (bar)	x ₀ = x ₁ (g/kg)	T _h (°C)	G _{p2} (kg/h)	W (kg/h)	C _{p2} (kJ/kgK)	Q (kJ/h)	ΔT _{log} (K)	h _v (kJ/m ³ hK)
1	0,02069	7,530	47,04	2,489	7,270	1,6771	18695,14	80,05	213,30
2	0,02108	7,262	46,98	2,729	7,942	1,6821	20370,87	79,53	234,19

3	0,02243	7,890	47,13	3,298	9,518	1,6947	24403,78	78,56	274,38
4	0,02357	7,165	46,95	3,225	9,293	1,6966	23752,86	77,46	281,28
5	0,02371	7,135	46,95	3,404	9,768	1,7027	24966,00	77,24	295,15
6	0,02328	5,832	46,63	3,299	9,538	1,6920	24392,94	78,11	284,54